沪制01150234号

Agilent 7890A Gaschromatograph

Fehlerbehebung

Agilent Technologies

Hinweise

Handbuch-Teile-Nr.

G3430-92014

Ausgabe

Dritte Ausgabe, April 2009
Zweite Ausgabe, Mai 2008
Erste Ausgabe, März 2007

Gedruckt in USA

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技（上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路412号
联系电话：（800）820 3278

Gewährleistung

Das in diesem Dokument enthaltene Material wird ohne Mängelgewähr bereitgestellt. Änderungen in nachfolgenden Ausgaben vorbehalten. Agilent übernimmt darüber hinaus im gesetzlich zulässigen Rahmen, weder ausdrücklich noch stillschweigend, keinerlei Gewährleistung für die in dieser Dokumentation enthaltenen Informationen, insbesondere nicht für deren Eignung oder Tauglichkeit für einen bestimmten Zweck, jedoch nicht darauf beschränkt. Agilent übernimmt keine Haftung für Fehler, die in diesem Dokument enthalten sind und für zufällige Schäden oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Lieferung, Ingebrauchnahme oder Benutzung dieser Dokumentation. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungsbedingungen hinsichtlich der in diesem Dokument enthaltenen Informationen besteht, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.

Sicherheitshinweise

VORSICHT

VORSICHT weist auf eine Gefahr hin. Dieser Hinweis macht auf einen Verarbeitungsprozess, eine Vorgehensweise oder Ähnliches aufmerksam, dessen nicht genaue Befolgung bzw. Ausführung möglicherweise einen Schaden am Produkt oder den Verlust wichtiger Daten verursachen kann. Arbeiten Sie im Falle eines Hinweises **VORSICHT** erst dann weiter, wenn Sie die angegebenen Bedingungen vollständig verstehen und erfüllen.

WARNUNG

WARNUNG weist auf eine Gefahr hin. Dieser Hinweis macht auf einen Verarbeitungsprozess, eine Vorgehensweise oder Ähnliches aufmerksam, dessen nicht genaue Befolgung bzw. Ausführung möglicherweise Personenschäden oder Todesfälle verursachen kann. Arbeiten Sie im Falle eines Hinweises WARNUNG erst dann weiter, wenn Sie die angegebenen Bedingungen vollständig verstehen und erfüllen.

Inhalt

7 Überprüfen auf Lecks

8 Aufgaben bei der Fehlerbehebung

1
Konzepte und allgemeine Aufgaben

Konzepte

Dieses Handbuch enthält Listen mit Symptomen und entsprechenden Maßnahmen, die durchzuführen sind, wenn in Verbindung mit der GC-Hardware oder chromatografischen Ausgaben, “GC Not Ready”-Meldungen und anderen allgemeinen Problemen Fehler auftreten.

Jeder Abschnitt befasst sich mit einem Problem und enthält eine untergliederte Auflistung möglicher Ursachen, damit Sie das Problem beheben können. Diese Listen stellen keine Grundlage für die Entwicklung neuer Methoden dar. Verfahren Sie bei der Fehlerbehebung so, als würden die Methoden korrekt funktionieren.

Dieses Handbuch enthält sowohl gängige Maßnahmen zur Fehlerbehebung als auch Informationen, die zusammenzustellen sind, bevor Sie sich für Unterstützung an Agilent wenden.

Beheben von Fehlern mit Hilfe dieses Handbuchs

Wenden Sie die folgenden Schritte als allgemeine Vorgehensweise bei der Fehlerbehebung an:

1 Beobachten Sie die Symptome des Problems.

2 Suchen Sie die Symptome in diesem Handbuch mit Hilfe des Inhaltsverzeichnisses oder der **Suchfunktion**. Lesen Sie die Liste der möglichen Ursachen des Symptoms.

3 Prüfen Sie jede mögliche Ursache oder führen Sie einen Test durch, mit dem die Liste der möglichen Ursachen eingegrenzt werden kann, bis das Symptom behoben ist.

Die Status-Taste

Verwenden Sie auch die Tasten **[Status]** und **[Info]** am GC-Tastenfeld, während Sie diese Fehlerbehebungsinformationen verwenden. Diese Tasten zeigen zusätzliche hilfreiche Informationen über den Status des GC und seine Komponenten an.

Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen

Bestimmte konfigurierbare Elemente im GC müssen immer auf dem aktuellsten Stand sein. Wenn dies nicht beachtet wird, führt dies zu einer verringerten Empfindlichkeit, zu chromatografischen Fehlern und zu möglichen Sicherheitsrisiken.

Säulenkonfiguration

Konfigurieren Sie den GC immer dann neu, wenn eine Säule getrimmt oder ersetzt wird. Überprüfen Sie außerdem, ob das Datensystem korrekte Angaben zu Säulentyp, Länge, Kennung und Filmdicke enthält. Der GC verwendet diese Informationen, um die Flüsse zu berechnen. Wenn der GC nach dem Austausch einer Säule nicht aktualisiert wird, führt dies zu fehlerhaften Flüssen, veränderten oder inkorrekten Splitverhältnissen, Veränderungen bei der Retentionszeit und zu Peak-Verschiebungen.

Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers

Halten Sie die Konfiguration des automatischen Flüssigprobengebers auf dem aktuellsten Stand, um einen korrekten Betrieb sicherzustellen. Für den automatischen Flüssigprobengeber sind Injektorposition, Größe der installierten Spritze und die Verwendung von Lösungsmitteln und Abfallflaschen auf dem aktuellsten Stand zu halten.

Gaskonfiguration

WARNUNG

Konfigurieren Sie den GC entsprechend, wenn Sie mit Wasserstoff arbeiten. Wasserstoff entweicht schnell und stellt ein Sicherheitsrisiko dar, wenn zu viel davon in die Luft oder in den GC-Ofen entweicht.

Konfigurieren Sie den GC immer dann neu, wenn sich der Gastyp ändert. Wenn der GC für ein anderes Gas als das derzeit eingespeiste konfiguriert wurde, führt dies zu inkorrekten Flussgeschwindigkeiten.

Anzeigen von “Run Log”, “Maintenance Log” und “Event Log”

Der GC führt interne Ereignisprotokolle, wobei jedes bis zu 250 Einträge enthalten kann. Verwenden Sie diese Protokolle für die Behebung von Problemen – insbesondere dann, wenn in der Anzeige keine Meldung mehr erscheint.

Um die Protokolle aufzurufen, drücken Sie **[Logs]**, um zum gewünschten Protokoll zu wechseln. In der Anzeige sehen Sie die Anzahl an Einträgen, die im Protokoll vorhanden sind. Scrollen Sie durch die Liste.

Run Log Für jede Analyse zeichnet das Run Log Abweichungen von der geplanten Methode auf. Dieses Protokoll wird zu Beginn einer jeden Analyse überschrieben. Die Informationen im Run Log können für GLP-Standards (Good Laboratory Practice) verwendet und auf ein Agilent Datensystem hochgeladen werden. Wenn das Run Log Einträge enthält, leuchtet die **Run Log** LED.

Maintenance Log In das Maintenance Log wird immer dann ein Eintrag aufgenommen, wenn ein “Early Maintenance Feedback Limit” erreicht, zurückgesetzt oder verändert wird. Das Log zeichnet Details auf, wie Zählerelement, Zählerwert, den neuen Zählerwert und ob der Zähler zurückgesetzt wurde oder nicht (weist auf den Austausch eines Teils hin). Wenn das Maintenance Log keine weiteren Einträge mehr aufnehmen kann, überschreibt der GC die Einträge und beginnt dabei mit dem ältesten.

Event Log Das Event Log zeichnet Ereigniss auf, wie Abschaltungen, Warnungen, Fehler und Veränderungen am GC-Zustand (Analyse starten, Analyse stoppen usw.), die während des GC-Betriebs auftreten können. Wenn das Event Log keine weiteren Einträge mehr aufnehmen kann, überschreibt der GC die Einträge und beginnt dabei mit dem ältesten.

Zusammenstellen von Informationen vor der Kontaktaufnahme mit Agilent

Stellen Sie die folgenden Informationen zusammen, bevor Sie sich an Agilent, um den Kundendienst anzufordern:

- Symptome
- Beschreibung des Problems
- Installierte Hardware und Parameter/Konfiguration, als der Fehler aufgetreten ist (Probe, Gasversorgungstyp, Gasflussgeschwindigkeiten, installierte Detektoren/Einlässe usw.)
- Meldungen, die auf der GC-Anzeige erscheinen
- Ergebnisse von durchgeführten Fehlerbehebungstests
- Gerätedetails. Halten Sie die folgenden Informationen bereit:
  - Die GC-Seriennummer wird auf einem Aufkleber unterhalb des Tastenfelds in der unteren rechten Ecke des GC aufgeführt.
  - GC-Firmwarerevision (Drücken Sie die Taste **[Status]** und anschließend **[Clear]**.)
  - GC-Stromversorgungskonfiguration (Auf einem Etikett auf der Rückseite des GC wird links neben dem GC-Netzkabel die GC-Stromversorgungskonfiguration aufgelistet.)



  - Ofenkonfiguration (schnell oder langsam heizend)
- Drücken Sie die **[Status]**-Taste, um zuvor angezeigte Meldungen wie **Error**, **Not Ready** und **Shutdown** anzuzeigen.

Informationen zu den Telefonnummern für die Kontaktaufnahme bezüglich Kundendienst/Support finden Sie auf der Agilent Web-Site unter www.agilent.com/chem.

2
ALS- und Detektorsymptome

Fehler am Kolben

Wenn der automatische Flüssigprobengeber einen Fehler am vorderen oder hinteren Kolben ausgibt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- Der Spritzenkolben steckt fest oder ist mit dem Kolbenträger nicht fest verbunden.

Fläschchen durch automatischen Flüssigprobengeber beschädigt

Zusätzliche Informationen zu diesem Thema können Sie der Dokumentation zum Betrieb Ihres Flüssigprobengebers entnehmen.

Wenn ein Probenfläschchen beschädigt wurde, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie, ob Verfaltungen oder Verknitterungen am Krausenverschluss vorliegen, besonders am Halsbereich des Probenfläschchens.
- Verwenden Sie die von Agilent empfohlenen Probefläschchen.
- Prüfen Sie die Probenetiketten (sofern zutreffend).
  - Prüfen Sie, ob diese die korrekte Größe haben.
  - Stellen Sie sicher, dass die Etiketten nicht mit dem Greifarm kollidieren.
- Prüfen Sie, ob die Probenteller-Fläschchenständer sauber sind und im Tellerboden eingerastet sind.

Spritzennadel verbiegt sich während der Injektion im Einlass

WARNUNG **Bei der Behebung von Fehlern am Injektor halten Sie Ihre Hände fern von der Spritzennadel. Die Nadel ist scharf und kann gefährliche Chemikalien enthalten.**

Zusätzliche Informationen zu diesem Thema können Sie der Dokumentation zum Betrieb Ihres automatischen Flüssigprobengebers entnehmen.

7683B – Handbuch zur Installation, Bedienung und Wartung des automatischen Flüssigprobengebers

7693A – Handbuch zur Installation, Bedienung und Wartung des automatischen Flüssigprobengebers

- Prüfen Sie, ob die Befestigungsmutter des GC-Septums nicht zu fest sitzt.
- Prüfen Sie, ob die Spritze korrekt im Spritzenträger installiert ist.
- Prüfen Sie, ob die Nadelhalterung und -führung sauber sind. Entfernen Sie Rückstände oder Septumreste.
- Bei Verwendung eines Kaltaufgabesystems prüfen Sie, ob der geeignete Einsatz für die Spritze installiert ist.
- Prüfen Sie, ob Sie die korrekte Spritze verwenden. Die gesamte Länge von Spritzenzylinder und Nadel sollte ca. 126,5 mm betragen.

FID zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass für “Lit Offset” der Wert $\leq$ 2,0 pA festgelegt ist.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht. (Siehe auch “So stellen Sie sicher, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert”.)
- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussgeschwindigkeiten von den tatsächlichen Flussgeschwindigkeiten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule.
- Prüfen Sie, ob an der Säulendichtung am FID Lecks vorliegen.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur für die Zündung hoch genug ist (> 150 °C).

FID-Anzünder glüht nicht während der Zündsequenz

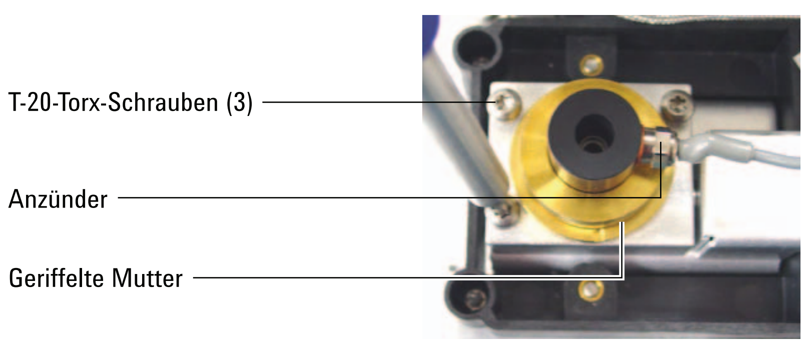
WARNUNG **Achten Sie bei Durchführung dieser Aufgabe darauf, dass Sie einen sicheren Abstand zum FID-Kamin halten. Bei Verwendung von Wasserstoff ist die FID-Flamme nicht sichtbar.**

1 Nehmen Sie die obere Abdeckung des Detektors ab.
2 Schalten Sie die FID-Flamme **ein**.
3 Beobachten Sie den Anzündерstecker durch den FID-Kamin. Die kleine Bohrung sollte während der Zündsequenz glühen.

Wenn der Test fehlschlägt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- Der Anzünder ist unter Umständen beschädigt; tauschen Sie den Anzünder aus.
- Die Detektortemperatur ist auf < 150 °C eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FID bei ≥ 300 °C.
- Der Anzünder ist mit dem Boden nicht ordnungsgemäß verbunden:
  - Der Anzünder muss in der FID-Blockeinheit fest verschraubt sein.
  - Die drei T-20 Torx-Schrauben, mit denen die Kollektoreinrichtung befestigt ist, müssen fest sitzen.
  - Die geriffelte Messingmutter, mit der die FID-Blockeinheit befestigt ist, muss fest sitzen.

  Führen Sie die FID-Wartung durch, wenn diese Teile korrodiert oder oxidiert sind.



Korrosion am FID-Kollektor und Anzünderglühstecker

Agilent empfiehlt die Prüfung des Kollektors und Anzünderglühsteckers auf Korrosion während der Wartung des FID.

Beim FID-Verbrennungsprozess entsteht Kondensation. Diese Kondensation verursacht in Verbindung mit chlorierten Lösungsmitteln oder Proben Korrosion und führt zu einem Verlust an Empfindlichkeit.

Um Korrosion zu vermeiden, sollte die Detektortemperatur immer über 300 °C liegen.

FFD zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass die FFD-Temperatur für die Zündung hoch genug ist (> 150 °C).
- Prüfen Sie die FFD-Flussgeschwindigkeiten und ob diese dem im FFD installierten Filtertyp entsprechen.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)
- Die Säule ist im Detektor eventuell zu hoch installiert.
- Prüfen Sie, ob der FFD-Anzünder funktionsfähig ist. (Siehe auch “So prüfen Sie, ob die FID-Flamme brennt”.)
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule und für das Zusatzgas.
- Stellen Sie sicher, dass die Kondensation im Entlüftungsrohr nicht in den Detektor zurücktropft. Das flexible Entlüftungsrohr aus Kunststoff muss vom Detektor in einen Behälter verlaufen ohne dass es herabhängt, um so das korrekte Abtropfen des Wasserkondensats zu ermöglichen. Das offene Rohrende darf nicht in das Wasser im Behälter hineinragen.
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2,0.
- Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)

SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. Tauschen Sie diese bei Bedarf aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.

3
Chromatografische Symptome

Retentionszeiten nicht wiederholbar

- Tauschen Sie das Septum aus.
- Prüfen Sie den Einlass, den Liner (sofern vorhanden) und die Säulenverbindung auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Achten Sie auf ausreichenden Druck für die Trägergasversorgung. Der am GC anliegende Druck muss mindestens 40 kPa (10 psi) über dem maximalen Einlassdruck liegen, der für die finale Ofentemperatur erforderlich ist.
- Führen Sie Wiederholungen mit bekannten Standards durch, um das Problem zu überprüfen.
- Stellen Sie sicher, dass Sie den geeigneten Liner-Typ für die zu injizierende Probe verwenden. (Siehe auch “Auswählen des geeigneten Einlass-Liners”.)
- Berücksichtigen Sie, ob dies die erste Analyse ist. (Hat sich der GC stabilisiert?)
- Bei Verwendung eines FID oder SPD und verringerten Retentionszeiten (Drift) überprüfen Sie die Düse auf Verunreinigungen.

Peak-Bereiche nicht wiederholbar

Prüfen Sie den Betrieb der Spritze am automatischen Flüssigprobengeber. (Informationen zu diesem Thema finden Sie im Abschnitt zur Fehlerbehebung im 7683B-Handbuch zur Installation, Bedienung und Wartung des automatischen Flüssigprobengebers sowie dem 7693A-Handbuch zur Installation, Bedienung und Wartung des automatischen Flüssigprobengebers.)

- Tauschen Sie die Spritze aus.
- Prüfen Sie den Einlass, den Liner (sofern vorhanden) und die Säulenverbindung auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Prüfen Sie die Probenmenge in den Fläschchen.
- Führen Sie Wiederholungen mit bekannten Standards durch, um das Problem zu überprüfen.
- Berücksichtigen Sie, ob dies die erste Analyse ist. (Hat sich der GC stabilisiert?)

Verunreinigung oder Verschleppung

Wenn Ihre Ausgabe Verunreinigungen oder unerwartete Peaks aufweist, gehen Sie wie folgt vor:

Isolieren der Quelle

1 Führen Sie eine Analyse nur mit Lösungsmittel durch und verwenden Sie dabei neues, pures Lösungsmittel. Wenn die Verunreinigung danach nicht mehr besteht, besteht das Problem entweder mit der Probe oder dem Lösungsmittel.
2 Führen Sie eine Blindanalyse durch (entfernen Sie die Spritze aus dem Injektor und starten Sie eine Analyse). Wenn die Verunreinigung danach nicht mehr besteht, wird das Problem durch die Spritze verursacht.
3 Entfernen Sie die Säule aus dem Detektor und verschließen Sie die Detektorarmatur. Führen Sie eine weitere Blindanalyse durch. Wenn die Verunreinigung danach nicht mehr besteht, wird das Problem durch den Einlass oder die Säule verursacht. Wenn die Verunreinigung weiterhin besteht, wird das Problem durch den Detektor verursacht.

Prüfen der möglichen Ursachen – alle Kombinationen aus Einlass und Detektor

- Prüfen Sie den Septumtyp und die Installation.
- Führen Sie eine vollständige Einlasswartung durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die Säulenwartung durch: Heizen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen diese aus.
- Prüfen Sie eine mögliche Probenverschleppung aus vorherigen Analysen. Führen Sie mehrere Blindanalysen ohne Injektion durch und prüfen, ob die Ghost-Peaks verschwinden oder kleiner werden.
- Prüfen Sie den Septumspülfluss. Wenn dieser zu gering ist, haben sich im Septum ggf. Verunreinigungen angesammelt oder Kondensat verstopft die Spülleitung.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Gases. Prüfen Sie Leitungen und Armaturen der Gasversorgung auf Verunreinigungen.

- Wenn Sie vermuten, dass Einlass, Säule oder Detektor eine Verunreinigung aufweisen, führen Sie ein Ausheizverfahren durch.
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenprogrammtemperatur und -zeit für die injizierten Proben ausreichend sind.
- Prüfen Sie den Lösungsmittelstand in den Reinigungsflaschen des automatischen Flüssigprobengebers.
- Tauschen Sie bei Bedarf die Spritze im automatischen Flüssigprobengeber aus.
- Prüfen Sie das Probeninjektionsvolumen.
- Installieren Sie ein Agilent Säulenrückspülsystem.

Größere Peaks als erwartet

- Vergleichen Sie alle Abmessungen der konfigurierten Säule mit den tatsächlichen Abmessungen der Säule. (Siehe auch “Konfigurierbare Elemente, die sich immer auf dem aktuellsten Stand befinden müssen”.)
- Prüfen Sie das Injektionsvolumen des automatischen Probengebers.
- Prüfen Sie die Fläschchenabdeckungen.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden mit halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Zylinder markiert ist und nicht an oberster Stelle, geben Sie beim Konfigurieren der Spritzengröße das **Zweifache** des angegebenen Werts ein.

Peaks werden nicht angezeigt – keine Peaks

- Wenn Sie einen automatischen Probengeber verwenden:
  - Stellen Sie sicher, dass das Fläschchen eine Probe enthält.
  - Stellen Sie sicher, dass der Kolbenträger am automatischen Flüssigprobengeber mit dem Spritzenkolben verbunden ist.
  - Prüfen Sie, ob die Spritze ordnungsgemäß installiert ist und die Probe ansaugt.
  - Stellen Sie sicher, dass das Karussell bzw. der Probenteller ordnungsgemäß bestückt ist und keine Injektionen über Fläschchen erfolgen, die sich nicht innerhalb der gewünschten Sequenz befinden.
  - Achten Sie darauf, dass die Probe in die Spritze gezogen wird.
- Stellen Sie sicher, dass der verwendete Detektor einem Signal zugewiesen ist.
- Prüfen Sie, ob die Säule ordnungsgemäß installiert ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule nicht verstopft ist. (Siehe auch “So messen Sie einen Säulenflusses”.) Führen Sie die Säulenwartung durch.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)

Wenn das Problem durch den Detektor verursacht wird, beachten Sie die Tabelle 1.

Tabelle 1 Fehlerbehebung am Detektor

Detektor	Lösung
FID, FFD	• Stellen Sie sicher, dass das Elektrometer eingeschaltet ist. • Stellen Sie sicher, dass die Flamme immer noch brennt.
WLD	• Stellen Sie sicher, dass der Heizfaden eingeschaltet ist. • Stellen Sie sicher, dass das Referenzgas nicht auf Null eingestellt ist.

Anstieg der Basislinie während eines Ofentemperaturprogramms

- Überprüfen Sie die Säule auf eine Blutung.
- Achten Sie auf Lecks/Sauerstoff in der Trägergasversorgung.
- Prüfen Sie die Anzeigen und Datumsangaben der Sauerstoffventile.
- Führen Sie Blindanalysen mit Lösungsmittel durch, um die Basislinie ohne Probe zu bewerten.
- Führen Sie Blindanalysen ohne Injektion durch (entfernen Sie die Spritze aus dem Injektor und starten Sie eine Analyse), um die Basislinie ohne Lösungsmittel zu bewerten.
- Prüfen Sie, ob Verunreinigungen bestehen. (Siehe auch Verunreinigung oder Verschleppung.)
- Berücksichtigen Sie die Auswirkung der Filmstärke der Säule beim Bluten.
- Prüfen Sie die Säulenarmaturen auf Lecks. (Siehe auch "Überprüfen auf Lecks".)
- Bereiten Sie ein Säulenkompensationsprofil vor und verwenden Sie dieses.

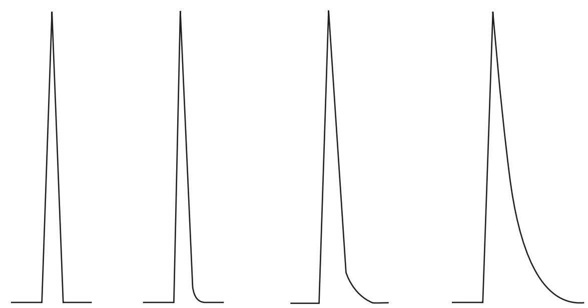
Schlechte Peak-Auflösung

- Stellen Sie den Säulenfluss auf eine optimale lineare Geschwindigkeit ein.
- Installieren und verwenden Sie deaktivierte Verbrauchsmaterialien im Einlass (z. B. einen Liner).
- Führen Sie die Säulenwartung durch: Heizen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen diese aus.
- Prüfen Sie die Säuleninstallation an beiden Enden.
- Wählen Sie eine Säule mit hoher Auflösung.

Peak-Abfall

In der nachfolgenden Abbildung ist ein Beispiel für abfallende Peaks dargestellt. Bei der Korrektur von abfallenden Peaks ist Folgendes zu beachten:

- Welche Peaks fallen ab?
- Handelt es sich bei den abfallenden Peaks um aktive Verbindungen, alle Verbindungen oder liegen Trends vor (wie z. B. frühzeitige Spitzen oder spätere Spitzen)?



- Prüfen Sie die Säule auf starke Verunreinigungen.
- Betrachten Sie die stationären Phase der Säule (aktive Säule).
- Stellen Sie sicher, dass die Säule ordnungsgemäß abgeschnitten und installiert ist.
- Beachten Sie, welche Arten von Adapter, Liner und Einlassdichtung verwendet werden. Eines dieser Teile oder all diese Teile sind ggf. verunreinigt oder aktiv.
- Prüfen Sie die Adapter (sofern installiert) und den Liner auf feste Partikel.
- Berücksichtigen Sie bei der splitlosen Kapillarinjektion die Kompatibilität zwischen dem Lösungsmittel und der Säule.
- Stellen Sie sicher, dass die Injektionstechnik adäquat ist.
- Prüfen Sie die Einlasstemperatur.
- Prüfen Sie das Totvolumen im System. Prüfen Sie die ordnungsgemäße Säuleninstallation an beiden Enden.
- Untersuchen und übertragen Sie Leitungen für kalte Stellen.

SPD

Führen Sie bei einem SPD folgende Schritte durch:

- Stellen Sie sicher, dass Sie die geeignete Perleneinheit für die zu analysierende Probe verwenden. Wenn Sie Phosphor analysieren, installieren Sie eine schwarze Perleneinheit. Weiße Perleneinheiten können bei der Analyse von Phosphor zu Peak-Abfällen führen.
- Stellen Sie sicher, dass die geeignete Düse installiert ist. Verwenden Sie eine erweiterte Düse.
- Tauschen Sie die keramischen Isolierungen aus.

Probleme mit Peak-Siedepunkt oder Molekulargewichts-Diskriminierung

Wenn Sie Probleme mit Peak-Siedepunkt oder Molekulargewichts-Diskriminierung (Einlassdiskriminierung) haben, gehen Sie wie folgt vor:

- Überprüfen Sie den Einlass auf Verunreinigungen. Reinigen oder ersetzen Sie den Liner bei Bedarf. Tauschen Sie alle Verbrauchsmaterialien am Einlass aus. Informationen zu diesem Thema finden Sie im Wartungshandbuch.
- Passen Sie die Einlasstemperatur an.
- Führen Sie Standards anhand einer bekannten Methode durch, um die erwartete Leistung zu ermitteln.

Bei einem Einlass, der in der Split-Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird

- Prüfen Sie den Liner-Typ.
- Erhöhen Sie die Einlasstemperatur und stellen Sie sicher, dass die Isolierungskappe installiert ist und eine Isolierung enthält.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass. Lesen Sie hierzu die Informationen zu SS, MMI, PTV und VI.

Bei einem Einlass, der in splitloser Betriebsart mit einem Detektor verwendet wird

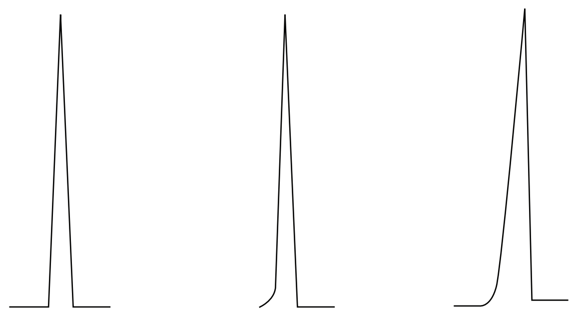
- Überprüfen Sie den Einlass auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Prüfen Sie den Liner-Typ.
- Stellen Sie sicher, dass die Ofenanfangstemperatur unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels liegt.
- Prüfen Sie Schnitt und Installation der Säule im Einlass. Lesen Sie hierzu die Informationen zu SS, MMI, PTV und VI.
- Stellen Sie sicher, dass das Dampfvolumen des Lösungsmittels die Kapazität des Liners nicht übersteigt.
- Achten Sie auf eine geeignete Spülverzögerungszeit.

Probenzersetzung im Einlass/Fehlende Peaks

- Senken Sie die Einlasstemperatur.
- Achten Sie auf Luft oder Wasser im Trägergas; überprüfen Sie die Gasreinheit und die Funktionalität der Ventile.
- Stellen Sie sicher, dass der Liner für die zu analysierende Probe geeignet ist.
- Führen Sie eine vollständige Einlasswartung durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Installieren Sie einen deaktivierten Liner (SS-, PP-, MMI- und PTV-Einlässe).
- Prüfen Sie, ob die Septum-, Liner- und Säulendichtungen undichte Stellen aufweisen. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Installieren Sie einen Agilent Direktverbindungs-Liner.
- Verwenden Sie eine Druckmethode mit Druckstoß für eine schnellere Probenübertragung zur Säule.
- Heizen Sie den Einlass aus. Beachten Sie folgende Punkte:
    - So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Split/Splitless-Einlass aus
    - So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Multimodus-Einlass aus
    - So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Purged-Packed-Einlass aus
    - So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Kaltaufgabesystem aus
    - So heizen Sie Verunreinigungen am PTV-Einlass aus
    - So heizen Sie Verunreinigungen am Einlass des Einlasssystems für flüchtige Analyse aus

Peak-Vorlagerung

In der nachfolgenden Abbildung sind Beispiele für drei Arten von Peaks dargestellt: symmetrisch, vorgelagert und überlastet.



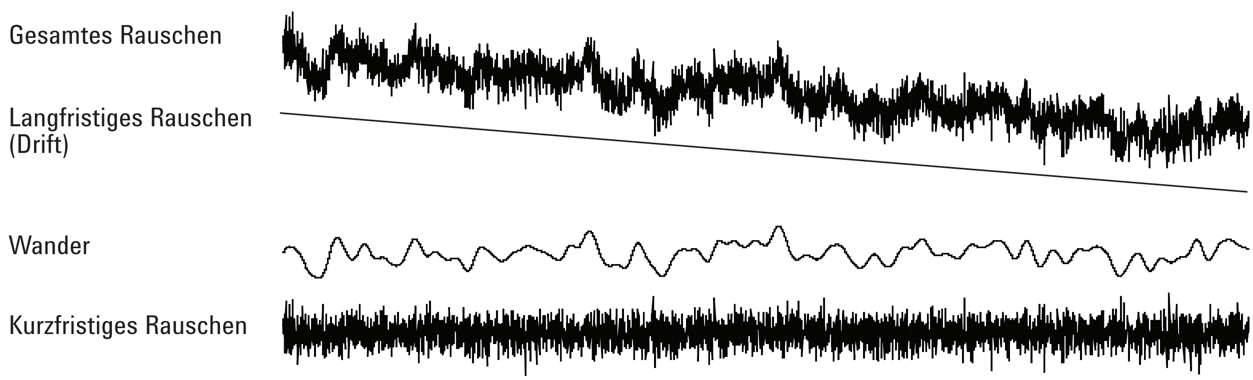
Wenn eine Peak-Vorlagerung oder Überlastung auftritt, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass das Injektionsvolumen geeignet ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule ordnungsgemäß installiert wurde.
- Stellen Sie sicher, dass eine geeignete Injektionstechnik verwendet wird.
- Wenn Sie eine splitlose Kapillarinjektion anwenden, beachten Sie die Löslichkeit der Verbindung im Injektionslösungsmittel.
  - Wechseln Sie das Lösungsmittel.
  - Verwenden Sie eine Vorsäule.
- Prüfen Sie die Reinheit des Probenlösungsmittels.

Verrauschster Detektor, einschließlich Wander-, Drift- und Basislinien-Spikes

Rauschen sollte unter “normalen” Betriebsbedingungen gemessen werden, wenn eine Säule angeschlossen und das Trägergas eingeschaltet ist. Rauschen hat normalerweise einen hohen Frequenzanteil (ursprünglich elektronisch) und niedrigere Frequenzanteile, die als Wander und Drift bezeichnet werden.

Wander weist eine willkürliche Richtung auf, jedoch bei einer niedrigeren Frequenz als das kurzzeitige elektronische Rauschen. Langfristiges Rauschen (Drift) ist eine monotone Signaländerung über einen Zeitraum, der im Vergleich zum Wander und elektronischen Rauschen lang ist (siehe unten). Begriffe wie “kurz” und “lang” sind relativ zur Breite der chromatografischen Peaks zu betrachten.



Verrauschte Basislinie

Eine verrauschte Basislinie oder eine hohe Detektorausgabe kann auf Lecks, Verunreinigungen oder elektrische Probleme hindeuten. Ein gewisses Rauschen ist bei jedem Detektor unvermeidlich, wenngleich auch hohe Abschwächungen dies verdecken können. Da ein Rauschen die Empfindlichkeit eines Detektors einschränkt, sollte dies minimiert werden.

- Prüfen Sie an allen Detektoren die Säulenarmaturen auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Weitere Informationen zum FID finden Sie unter So messen Sie den SPD-Leckstrom.
- Beim WLD stellen Sie sicher, dass die Datenerfassung bei $\le$ 5 Hz erfolgt.

Wenn ein Rauschen plötzlich an einer zuvor sauberen Basislinie auftritt, gehen Sie wie folgt vor:

- Achten Sie auf aktuelle Veränderungen, die am System erfolgten.
- Heizen Sie den Einlass aus. Beachten Sie folgende Punkte:

  - So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Split/Splitless-Einlass aus
  - So heizen Sie Verunreinigungen am MMI-Einlass für flüchtige Analyse aus
  - So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Purged-Packed-Einlass aus
  - So heizen Sie Verunreinigungen aus dem Kaltaufgabesystem aus
  - So heizen Sie Verunreinigungen am PTV-Einlass aus
  - So heizen Sie Verunreinigungen am Einlass des Einlasssystems für flüchtige Analyse aus
- Überprüfen Sie die Reinheit der Träger- und Detektorgase.
- Überprüfen Sie, ob nach der letzten Wartung alle Teile wieder korrekt zusammengebaut wurden.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.

Wenn das Rauschen allmählich auf einen zu hohen Pegel ansteigt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie die Säule und den Einlass auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie die Düsen am FID oder SPD auf Verunreinigungen.
- Stellen Sie sicher, dass das FFD-Fotovervielfacherrohr (PMT) ordnungsgemäß installiert ist. Ist dies nicht der Fall, treten Lichtlecks und schließlich ein Rauschen auf.

Andere Faktoren, die zu einem Rauschen führen können:

- Die Säule ist im Detektor zu hoch installiert.
- Die Ofentemperatur übersteigt die für die Säule maximal empfohlenen Temperaturen.

Basislinien-Wander und -Drift

Basislinien-Wander oder -Drift kann auftreten, wenn eine Fluss- oder Temperatureinstellung geändert wurde. Wenn sich das System vor Beginn einer Analyse nicht in den neuen Zuständen stabilisiert hat, sind einige Basislinienänderungen zu erwarten.

Wenn ein Basislinien-Wander auftritt, prüfen Sie das System auf Lecks, besonders beim Septum und bei der Säule. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.) Basislinien-Drift tritt meistens während der Temperaturprogrammierung auf. Versuchen Sie, einen Basislinien-Drift wie folgt zu korrigieren:

- Stellen Sie sicher, dass die Säulenkompensation verwendet wird und das Profil aktuell ist. (Für die Kompensation der Blutung.)
- Stellen Sie sicher, dass die Säule konditioniert ist.

- Achten Sie bei der Betriebstemperatur auf die Säulenblutung.
- Achten Sie auf den Signalmodus, der der Säule im Datensystem zugewiesen ist.

Basislinien-Spiking

In der Basislinienausgabe gibt es zwei Arten von Spiking: zyklisch und willkürlich.

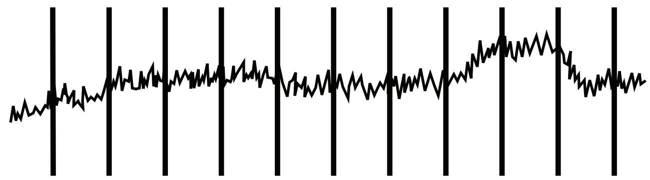


Abb. 1 Zyklisches Spiking

Zyklisches Spiking kann folgende Ursachen haben:
- einen elektrischer Motor
- Klimatisierung von Gebäuden
- andere elektronische Störstrahlungen im Labor

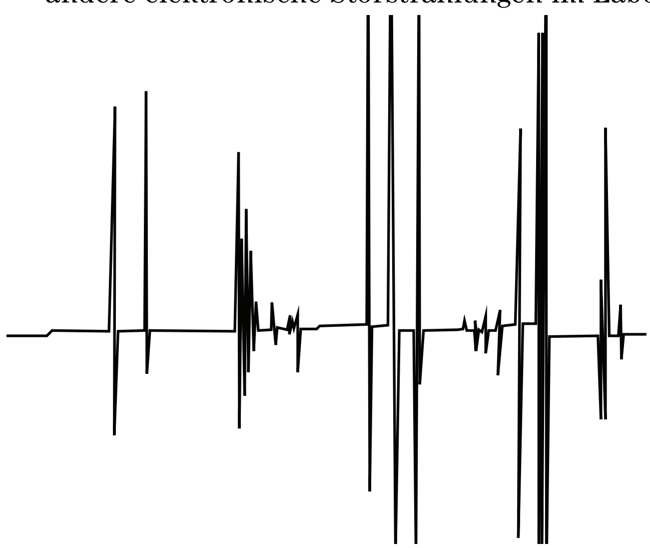


Abb. 2 Willkürliches Spiking

Spikes sind isolierte Basislinienstörungen, die normalerweise als plötzliche (und große) Ausschläge nach oben auftreten. In Verbindung mit Rauschen beheben Sie zuerst das Problem mit dem Rauschen, da das Spiking damit ggf. auch behoben werden kann.

- Überprüfen Sie, ob der Detektor kontaminiert ist.
- Bei einer gepackten Säule prüfen Sie, ob der Ausgang der gepackten Säule ordnungsgemäß mit Glaswolle abgedichtet ist.
- Prüfen Sie die Installation der gepackten Säule.
- Prüfen Sie, ob die Düse korrekt funktioniert.

Niedriger Peak-Bereich oder geringe Peak-Höhe (Geringe Empfindlichkeit)

- Bei Verwendung eines Einlasses in der Split-Betriebsart prüfen Sie das Split-Verhältnis.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Überprüfen Sie den Einlass auf Verunreinigungen. (Siehe auch “Verunreinigung oder Verschleppung”.)
- Prüfen Sie jede Säule und stellen Sie sicher, dass diese am jeweiligen Ende ordnungsgemäß abgeschnitten und installiert wurde.
- Stellen Sie sicher, dass der Säulentyp geeignet ist.
- Führen Sie die Säulenwartung durch: Heizen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen diese aus.
- Stellen Sie sicher, dass für die Probe der geeignete Liner-Typ verwendet wird.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen des Detektors ordnungsgemäß sind.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Versorgungsgases.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben bei allen Ventilen.
- Stellen Sie sicher, dass die Methodenparameter korrekt sind.
- Prüfen Sie die Probenstabilität.
- Prüfen Sie die konfigurierte Spritzengröße. Einige Spritzengrößen werden mit halber Kapazität angegeben. Wenn das maximale Spritzenvolumen auf halber Höhe am Zylinder markiert ist und nicht an oberster Stelle, geben Sie beim Konfigurieren der Spritzengröße das **Zweifache** des angegebenen Werts ein.

Bei Verwendung eines FID:

- Stellen Sie sicher, dass die geeignete Düse installiert ist.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verschmutzt ist.

Bei Verwendung eines uEAD:

- Tauschen Sie den Kombinations-Liner aus geschmolzenem Siliziumdioxid mit Vertiefung aus.
- Nehmen Sie die Säule ab und installieren diese erneut.
- Reinigen Sie den Zusatzgasadapter.

Bei Verwendung eines SPD:

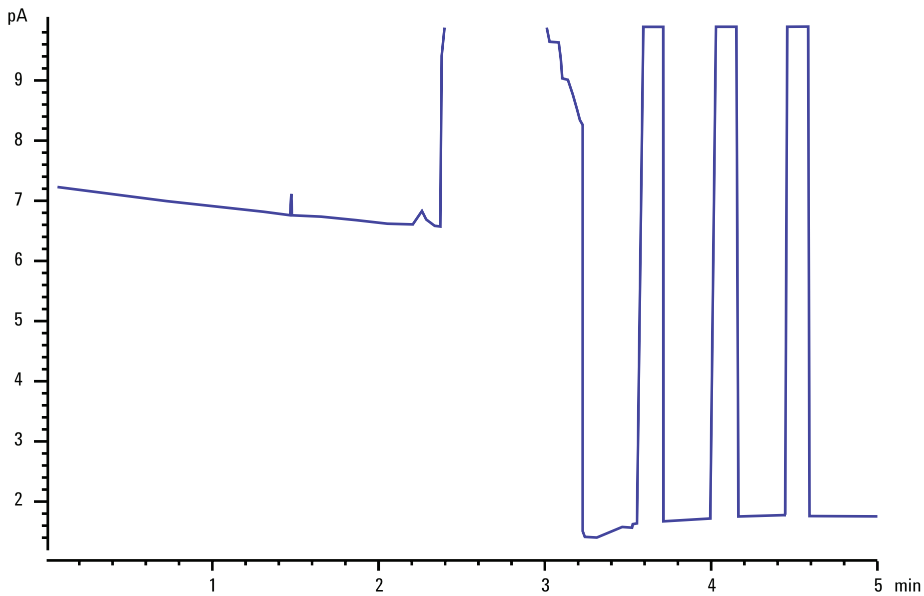
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.
- Tauschen Sie die keramischen Isolierungen aus.
- Tauschen Sie die Perleneinheit aus.

Bei Verwendung eines FFD:

- Stellen Sie sicher, dass die Säule ordnungsgemäß installiert ist.
- Prüfen Sie, dass der geeignete Filter installiert wurde und dieser keine Verunreinigungen aufweist.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten.
- Prüfen Sie den Zusatzgastyp.

FID-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden

Nachfolgend ist ein beispielhaftes Chromatogramm dargestellt, in dem das Erlöschen der Flamme von einem großen Lösungsmittel-Peak gezeigt wird.



Nach dem Erlöschen der Flamme versucht der GC drei Mal, die Flamme zu zünden.

Wenn die FID-Flamme während einer Analyse erlischt, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie, ob die Flamme durch einen aromatischen Peak oder durch Wasser gelöscht wurde.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Gasflusseinstellungen korrekt sind. Überprüfen Sie, ob die Einstellungen für **Lit offset** ordnungsgemäß festgelegt wurden.

Wenn die FID-Flamme versucht, selbst neu zu zünden, jedoch bereits brennt, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass für die FID **Lit offset**-Einstellung für die Analyse der geeignete Wert festgelegt wurde (in der Regel $\leq$ 2,0 pA).
- Prüfen Sie, ob die Flamme durch einen aromatischen Peak oder durch Wasser gelöscht wurde.
- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist. Messen Sie am Detektor die tatsächlichen Flüsse für Wasserstoff, Luft und Zusatzgas. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)
- Prüfen Sie, ob die Säulendichtung am Detektor undicht ist. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)

FID-Basislinienausgabe über 20 pA

- Überprüfen Sie die Reinheit der Träger- und Detektorversorgungsgase.
- Überprüfen Sie die Säule auf eine Blutung.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben der Gasventile und stellen Sie sicher, dass die Ventile nicht verbraucht sind.
- Stellen Sie sicher, dass der Detektor nach der letzten Wartung ordnungsgemäß zusammengebaut wurde.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.
- Stellen Sie sicher, dass der FID-Leckstrom bei < 2,0 pA liegt. (Siehe “So messen Sie den FID-Leckstrom”.)

FFD-Flamme erlischt während einer Analyse und versucht, neu zu zünden

Wenn die Flamme während einer Analyse erlischt, gehen Sie wie folgt vor:

- Überprüfen Sie das GC-System auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Stellen Sie sicher, dass die Detektortemperatur auf ≥ 200 °C eingestellt ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Kondensation im Entlüftungsrohr nicht in den Detektor zurücktropft. Das flexible Entlüftungsrohr aus Kunststoff muss vom Detektor in einen Behälter verlaufen ohne dass es herabhängt, um so das korrekte Abtropfen des Wasserkondensats zu ermöglichen. Das offene Rohrende darf nicht in das Wasser im Behälter hineinragen.

Wenn die FFD-Flamme erlischt und dann neu zündet, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass der eingestellte **Lit offset** unter der normalen Basislinie liegt.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)

FFD-Ausgabe zu hoch oder zu niedrig

- Stellen Sie sicher, dass der korrekte Filter verwendet wird. Verwenden Sie keinen Phosphorfilter mit schwefeloptimierten Flüssen oder einen Schwefelfilter mit phosphoroptimierten Flüssen.
- Prüfen Sie die Position der Säule, wie diese im Detektor installiert ist.
- Überprüfen Sie die Reinheit des Gases.

Niedriger Peak-Bereich mit dem FFD

- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)
- Führen Sie eine vollständige Einlasswartung durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die Säulenwartung durch: Heizen Sie Verunreinigungen aus, entfernen Sie den verunreinigten Teil der Säule beim Einlass und drehen Sie die Säule bei Bedarf um und heizen diese aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Säule ordnungsgemäß installiert wurde.
- Berücksichtigen Sie den Filtertyp (Schwefel oder Phosphor).
- Überprüfen Sie das System auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Stellen Sie sicher, dass die Methodeneinstellungen korrekt sind.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten.
- Prüfen Sie den Zusatzgastyp.

Große Peak-Breite auf halber Höhe am FFD

Wenn der FFD Peaks erzeugt, die auf halber Höhe des Peaks übermäßig breit sind, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie das tatsächliche Injektionsvolumen; verringern Sie dies bei Bedarf.
- Stellen Sie sicher, dass der Liner nicht auf die Probe reagiert.

Hohe FFD-Basislinienausgabe, > 20 pA

- Überprüfen Sie die Reinheit des Versorgungsgases.
- Prüfen Sie alle Anzeigen und Datumsangaben bei allen Ventilen.
- Überprüfen Sie den Detektor auf Verunreinigungen.
- Überprüfen Sie das Fotovervielfacherrohr auf Lichtlecks (PMT); ziehen Sie das Rohr fest, falls es nicht ganz fest sitzt.
- Führen Sie eine vollständige Einlasswartung durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die Säulenwartung durch: Heizen Sie Verunreinigungen bei Bedarf aus.

Dämpfung des Lösungsmittels am SPD

Wenn die Basislinie nach einem Lösungsmittel-Peak nicht wiederhergestellt wird, gehen Sie wie folgt vor:

- Schalten Sie im Bereich des Lösungsmittel-Peaks den Wasserstoff aus/ein.
- Verwenden Sie Stickstoff als Zusatzgas.
- Stellen Sie den gesamten Säulenfluss und das Zusatzgas auf unter 10 ml/Min ein.
- Erhöhen Sie den Luftfluss um 10 ml/Min.
- Erhöhen Sie die Detektortemperatur auf 325 °C.
- Implementieren Sie die Agilent Dean Lüftungslösung mit Umschaltung von Lösungsmitteln.

Niedriger SPD-Response

- Führen Sie eine vollständige Einlasswartung durch: Tauschen Sie alle Verbrauchsteile aus und heizen Sie den Einlass aus.
- Führen Sie die Säulenwartung durch: Heizen Sie Verunreinigungen bei Bedarf aus.
- Eine hohe Konzentration an Lösungsmittel hat das Wasserstoff-/Luft-Plasma ausgelöscht. Erhöhen Sie die Perlenspannung.
- Messen Sie den tatsächlichen Gasfluss am Detektor. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)
- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Stellen Sie sicher, dass die Perleneinheit aktiviert ist. Schauen Sie durch die Lüftungsöffnung am Detektorlid, um zu sehen, ob die Perleneinheit orange glüht. Tauschen Sie Isolierungen/Kollektor aus.

Hohe Basislinienausgabe am SPD > 8 Millionen

- Der Kollektor ist mit dem Detektorgehäuse kurzgeschlossen. Zerlegen Sie den Kollektor und die Isolierungen und installieren Sie alles wieder neu.

SPD-Nullpunktabgleich funktioniert nicht ordnungsgemäß

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. Tauschen Sie diese bei Bedarf aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.

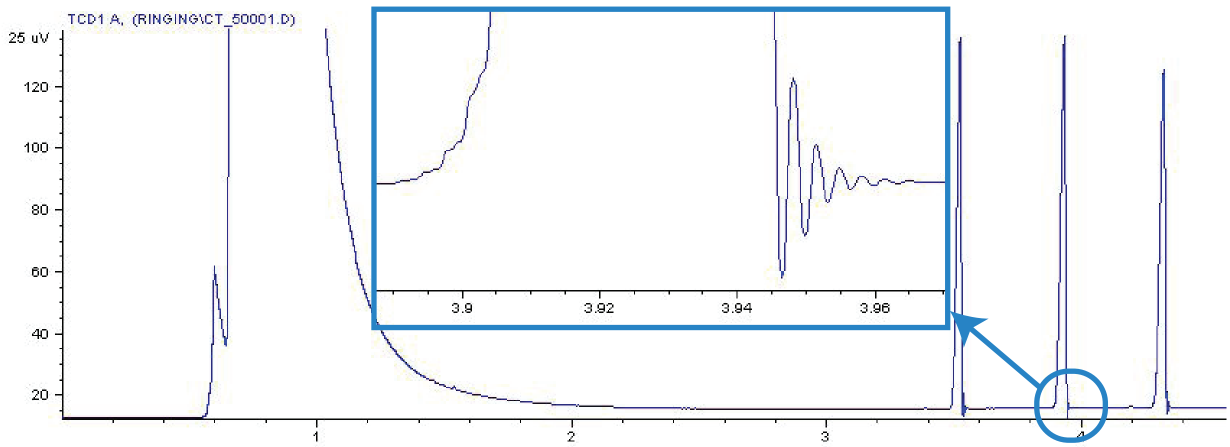
Niedrige Selektivität am SPD

- Stellen Sie sicher, dass der Wasserstofffluss korrekt ist (≤ 3 ml/Min).
- Überprüfen Sie die Perleneinheit; diese kann defekt oder verbraucht sein.
- Stellen Sie sicher, dass die Perlenspannung ordnungsgemäß festgelegt wurde.
- Tauschen Sie Kollektor und Isolierungen aus.

Negative Peaks am WLD

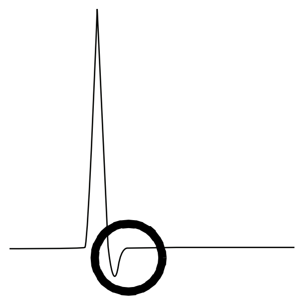
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Gastyp verwendet wird.
- Überprüfen Sie das System auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am Detektor. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Berücksichtigen Sie die Empfindlichkeit von Substanzen.
- Prüfen Sie die Flusseinstellungen und messen Sie dann die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)

WLD-Basislinie hat sinusförmige Noise-Trailing-Peaks gedämpft (Ringing-Basislinie)



Im Datensystem wurde die falsche Datenrate ausgewählt. Für WLD muss die Datenrate auf ≤ 5 Hz eingestellt sein.

WLD-Peaks haben eine negative Neigung am Auslauf



- Prüfen Sie, ob die Säulenadapterdichtung am Detektor undicht ist. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Erweitern Sie den Detektor durch einen passivierten Glühdraht.

4
Symptome am GC, wenn dieser nicht betriebsbereit ist

Dieser Abschnitt enthält Fehler und Symptome, die auftreten, wenn der GC eingeschaltet ist, jedoch keine Analysen durchführen kann. Dies wird durch die Meldung “Not Ready”, durch Fehlermeldungen oder durch andere Symptome angezeigt.

GC ist niemals betriebsbereit

Normalerweise wird der GC betriebsbereit, nachdem Flüsse und Temperaturen ihre Sollwerte erreicht haben. Wenn der GC nach einer längeren Zeit nicht betriebsbereit ist, gehen Sie wie folgt vor:

- Drücken Sie **[Status]** oder eine Komponententaste (z. B. **[Front inlet]**), um zu sehen, welche Sollwerte oder Zustände nicht bereit sind.
- Überprüfen Sie, ob ein Problem mit dem Probengeber vorliegt.
- Überprüfen Sie, ob ein Problem mit dem Datensystem vorliegt.
- Bei manuellen Injektionen in der splitlosen Betriebsart oder mit der Gassparschaltung müssen Sie ggf. [**Prep Run**] drücken, um den Einlass für die Injektion vorzubereiten. Führen Sie dies beispielsweise aus folgenden Gründen durch:
  - Um das Einlassspülventil vor einer splitlosen Injektion umzuschalten
  - Um eine gepulste Injektion vorzubereiten
  - Um die Gassparschaltung auszuschalten

  Weitere Informationen zu [**Prep Run**] finden Sie im Erweiterten Agilent 7890A GC Benutzerhandbuch.

Fluss ist niemals betriebsbereit

Wenn der Gasfluss niemals betriebsbereit ist, prüfen Sie folgende Punkte:

- Überprüfen Sie, ob der Versorgungsdruck des Versorgungsgases ausreichend ist.
- Prüfen Sie den konfigurierten Gastyp. Der konfigurierte Gastyp muss dem tatsächlichen Gas entsprechen, das am GC eingespeist wird.
- Achten Sie auf Lecks in der Gasversorgung und am GC. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)

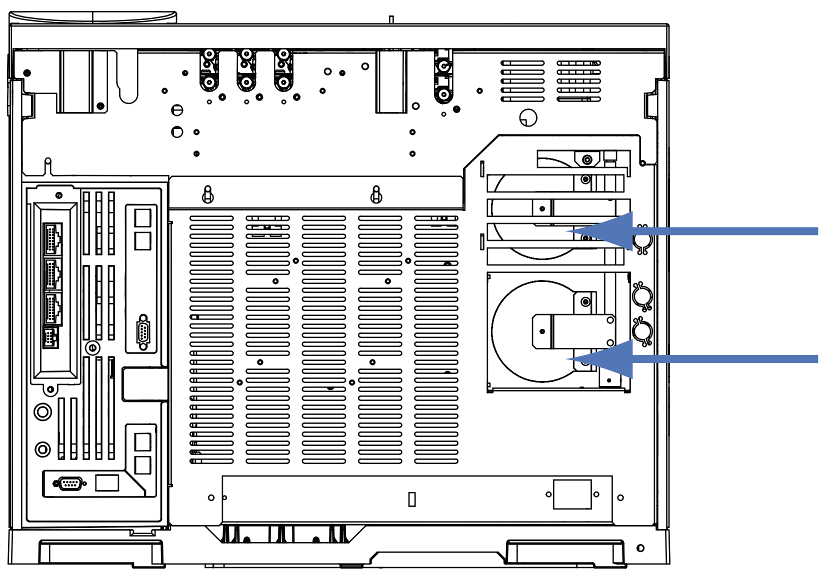
Ofentemperatur kühlt niemals herunter oder kühlt extrem langsam ab

Wenn der Ofen nicht abkühlt oder extrem langsam abkühlt:

WARNUNG **Die auf der Rückseite des GC austretende Abluft ist extrem heiß. Achten Sie darauf, dass Hände und Gesicht weit genug von der Auslassöffnung entfernt sind.**

- Prüfen Sie die Klappfunktion des Ofens.
  1. Verringern Sie die Ofentemperatur um mindestens 20 Grad.
  2. Stellen Sie sicher, dass die auf der Rückseite des GC vorhandenen Ofenklappen **geöffnet** sind. Hören Sie, ob der Ventilator läuft. In der nachfolgenden Abbildung ist die Position der beiden Ofenklappen dargestellt.

  Wenn die Klappen nicht einwandfrei funktionieren, wenden Sie sich an Agilent.



Bei Verwendung einer Kryo-Kühlung:

- Achten Sie auf ausreichend Kryo-Kühlmittel.
- Prüfen Sie, ob die Betriebsgrenzwerte überschritten wurden.

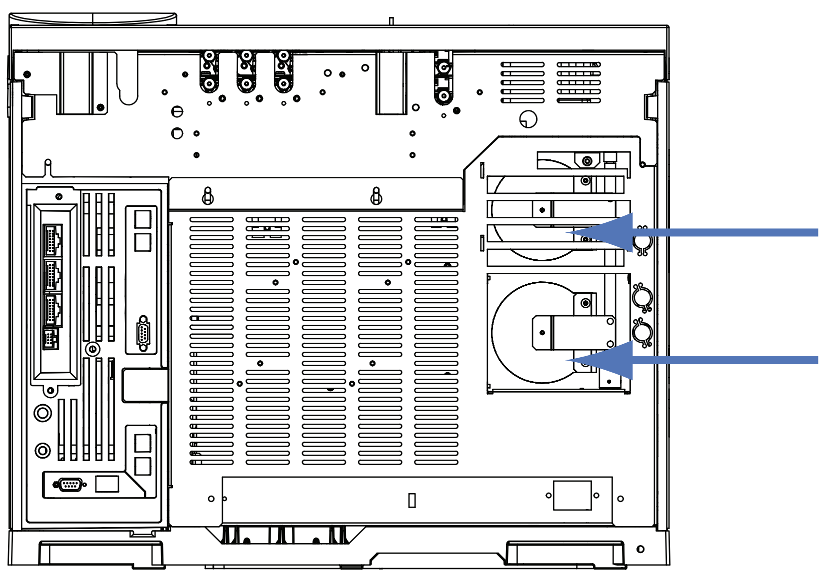
Ofen heizt niemals auf

- Drücken Sie **[Status]**, um Fehler anzuzeigen, die Agilent mitzuteilen sind.

WARNUNG **Die auf der Rückseite des GC austretende Abluft ist extrem heiß. Achten Sie darauf, dass Hände und Gesicht weit genug von der Auslassöffnung entfernt sind.**

- Schalten Sie den GC aus und wieder ein.
- Prüfen Sie die Klappfunktion des Ofens.
  1. Erhöhen Sie die Ofentemperatur um mindestens 20 Grad.
  2. Stellen Sie sicher, dass die auf der Rückseite des GC vorhandenen Ofenklappen **geschlossen** sind. In der nachfolgenden Abbildung ist die Position der beiden Ofenklappen dargestellt.

  Wenn die Klappe im geöffneten Zustand arretiert oder wenn die Klappen geschlossen sind und der Ofen dennoch nicht aufheizt, wenden Sie sich an Agilent.



Temperatur ist niemals betriebsbereit

Um als betriebsbereit zu gelten, muss eine Temperatur den Sollwert mit einer Toleranz von ±1 °C für 30 s halten. Wenn eine Temperatur niemals betriebsbereit wird, gehen Sie wie folgt vor:

- Achten Sie auf fehlende Isolierungskappen an einem Einlass oder am Detektor.
- Prüfen Sie, ob zwischen dem Ofen und dem Einlass oder Detektor ein extrem großer Temperaturunterschied vorliegt.
- Achten Sie auf fehlende Isolierungen beim Einlass oder am Detektor.
- Wenn Sie ein Kaltaufgabesystem mit CryoBlast oder einen PTV- oder MMI-Einlass verwenden:
  - Prüfen Sie den Pegel des Kryo-Kühlmittels.
  - Prüfen Sie, ob die Betriebsgrenzwerte überschritten wurden.

Ein Fluss oder Druck kann nicht eingestellt werden

Wenn Sie einen Fluss oder Druck mit Hilfe der Split/Splitless-, PTV-, VI- oder Kaltaufgabesystem-Einlässe nicht einstellen können, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie die Säulenbetriebsart.
- Prüfen Sie, ob eine Kapillarsäule für den korrekten Einlass konfiguriert ist.
- Prüfen Sie die konfigurierten Säulenabmessungen.
- Prüfen Sie, ob der Fluss eingeschaltet ist.

Wenn Sie keinen Fluss oder Druck mit Hilfe des Purged-Packed-Einlasses einstellen können, gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie die Säulenbetriebsart.
- Prüfen Sie, ob der Fluss eingeschaltet ist.
- Prüfen Sie die Einlassbetriebsart. Bei Verwendung der Einlass-Flusssteuerung können Sie die Flusssteuerungs-Betriebsart nur für Säulen festlegen. Bei Verwendung der Einlass-Drucksteuerung können Sie die Säule sowohl für Fluss- als auch für Druckbetriebsarten festlegen.

Ein Gas erreicht nicht den Sollwertdruck oder -fluss

Wenn ein Einlass nicht seinen Drucksollwert erreicht, wird dieser in einer für den Einlasstyp entsprechenden Zeit abgeschaltet. Gehen Sie wie folgt vor:

- Achten Sie auf ausreichenden Versorgungsgasdruck. Der Druck bei der Versorgung sollte mindestens 10 psi über dem gewünschten Sollwert liegen.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.) Stellen Sie bei Verwendung der Gassparschaltung sicher, dass die Flussgeschwindigkeit der Gassparschaltung ausreichend hoch ist, um den höchsten Säulenvordruck beizubehalten, der während einer Analyse verwendet wird.
- Prüfen Sie, ob eine Säule fehlerhaft installiert ist.

Wenn Sie einen Split/Splitless-Einlass, einen MMI- oder PTV-Einlass oder eine flüchtige Verbindung verwenden:

- Prüfen Sie das Split-Verhältnis. Erhöhen Sie die Menge für den Split-Fluss.

Ein Gas überschreitet den Drucksollwert oder Fluss

Wenn ein Gas seinen Druck- oder Flusssollwert überschreitet, gehen Sie wie folgt vor:

Wenn Sie einen Split/Splitless-Einlass, MMI- oder PTV-Einlass oder eine flüchtige Verbindung verwenden:

- Verringern Sie das Split-Verhältnis.
- Tauschen Sie den Split-Entlüftungsfilter aus.
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Liner ausgewählt ist (für Split/Splitless-, MMI- und PTV-Einlässe).
- Prüfen Sie die Golddichtung auf Verunreinigungen (bei einem Split/Splitless-Einlass).

Bei Verwendung eines FID oder SPD:

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.

Ventile:

- Überprüfen Sie, ob ein Rotor falsch ausgerichtet ist.

Der Einlassdruck oder -fluss schwankt

Eine Schwankung am Einlassdruck kann zu Abweichungen in der Flussgeschwindigkeit und Retentionszeiten während einer Analyse führen. Gehen Sie wie folgt vor:

- Prüfen Sie, ob der Gasreiniger oder der Gasgenerator bei oder nahe der Kapazität arbeitet.
- Überprüfen Sie, ob der Versorgungsdruck des Versorgungsgases ausreichend ist.
- Stellen Sie sicher, dass der Druckregler ordnungsgemäß funktioniert.
- Achten Sie auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)
- Achten Sie auf große Einschränkungen im Einlass-Liner oder im Splitventilfilter.
- Stellen Sie sicher, dass der geeignete Liner installiert ist.
- Achten Sie auf Einschränkungen im Gasraum, Spülung und Filterung und alle anderen externen Probengeräte.

Ein Druck kann nicht so niedrig wie der Sollwert an einem Split-Einlass gehalten werden

Wenn der GC einen Druck nicht so niedrig wie den Sollwert halten kann, prüfen Sie Folgendes:

- Ziehen Sie die Verwendung eines Liners in Betracht, der für die Split-Analyse geeignet ist.
- Überprüfen Sie, ob der Liner verstopft ist.
- Prüfen Sie die Splitventilleitung auf Verunreinigungen. Wenden Sie ggf. für den Austausch an den Agilent Kundendienst.
- Tauschen Sie bei einem Split/Splitless-Einlass die Golddichtung aus.

Der gemessene Säulenfluss entspricht nicht dem angezeigten Fluss

Wenn der tatsächliche Säulenfluss nicht dem berechneten Fluss entspricht, der am GC angezeigt wird, gehen Sie wie folgt vor:

- Stellen Sie sicher, dass die gemessenen Flüsse auf 25 °C und 1 Atmosphäre eingestellt sind.
- Stellen Sie sicher, dass die geeigneten Säulenabmessungen exakt konfiguriert sind, einschließlich der tatsächlichen (getrimmten) Säulenlänge.
- Die Splitventilleitung oder das Ventil sind ggf. teilweise verstopft, was dazu führt, dass der tatsächliche Einlassdruck über dem Drucksollwert liegt.

FID zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass für “Lit Offset” der Wert ≤ 2,0 pA festgelegt ist.
- Prüfen Sie, ob der FID-Anzünder während der Zündsequenz glüht. (Siehe auch “So stellen Sie sicher, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert”.)
- Prüfen Sie, ob Düsen verstopft oder teilweise verstopft sind.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeiten am FID. Das Verhältnis zwischen Wasserstoff und Luft hat großen Einfluss auf die Zündung. Nicht optimale Flusseinstellungen können ein Zünden der Flamme verhindern. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)
- Wenn die Flamme immer noch nicht zündet, könnte im System ein großes Leck vorliegen. Große Lecks führen dazu, dass gemessene Flussgeschwindigkeiten von den tatsächlichen Flussgeschwindigkeiten abweichen, was zu nicht idealen Bedingungen für die Zündung führt. Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks, besonders an der Säulendichtung am FID.
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule.
- Prüfen Sie, ob an der Säulendichtung am FID Lecks vorliegen.
- Stellen Sie sicher, dass die FID-Temperatur für die Zündung hoch genug ist (> 150 °C).

FID-Anzünder glüht nicht während der Injektionssequenz

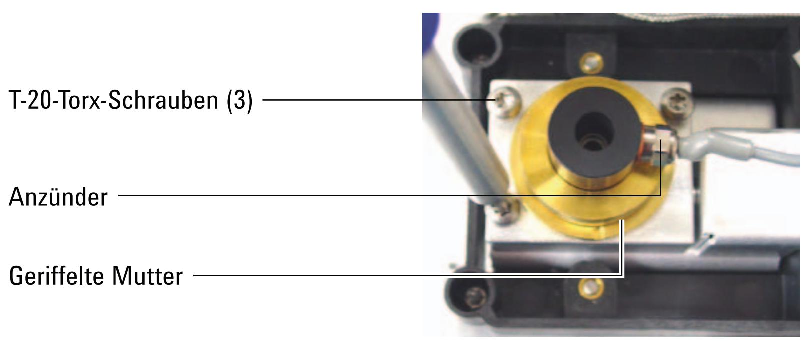
WARNUNG **Achten Sie bei Durchführung dieser Aufgabe darauf, dass Sie einen sicheren Abstand zum FID-Kamin halten. Bei Verwendung von Wasserstoff ist die FID-Flamme nicht sichtbar.**

1. Nehmen Sie die obere Abdeckung des Detektors ab.
2. Schalten Sie die FID-Flamme **ein**.
3. Beobachten Sie den Anzünderstecker durch den FID-Kamin. Die kleine Bohrung sollte während der Zündsequenz glühen.

Wenn der Test fehlschlägt, prüfen Sie die folgenden möglichen Ursachen:

- Der Anzünder ist unter Umständen beschädigt; tauschen Sie den Anzünder aus.
- Die Detektortemperatur ist auf < 150 °C eingestellt. Agilent empfiehlt den Betrieb des FID bei ≥ 300 °C.
- Der Anzünder ist mit dem Boden nicht ordnungsgemäß verbunden:
  - Der Anzünder muss in der FID-Blockeinheit fest verschraubt sein.
  - Die drei T-20 Torx-Schrauben, mit denen die Kollektoreinrichtung befestigt ist, müssen fest sitzen.
  - Die geriffelte Messingmutter, mit der die FID-Blockeinheit befestigt ist, muss fest sitzen.

  Führen Sie die FID-Wartung durch, wenn diese Teile korrodiert oder oxidiert sind.



SPD-Nullpunktabgleich schlägt fehl

- Überprüfen Sie, ob die Düse verstopft ist.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch "So messen Sie einen Detektorfluss".)
- Prüfen Sie den Zustand der Perleneinheit. Tauschen Sie diese bei Bedarf aus.
- Stellen Sie sicher, dass die Flusseinstellungen korrekt sind.
- Überprüfen Sie das gesamte System und insbesondere die Detektorsäulendichtung sorgfältig auf Lecks. (Siehe auch "Überprüfen auf Lecks".)
- Stellen Sie die Gleichgewichts-Einstellungszeit auf 0,0.

FFD zündet nicht

- Stellen Sie sicher, dass die FFD-Temperatur für die Zündung hoch genug ist (> 150 °C).
- Prüfen Sie die FFD-Flussgeschwindigkeiten und ob diese dem im FFD installierten Filtertyp entsprechen.
- Messen Sie die tatsächlichen Detektorflüsse. (Siehe auch “So messen Sie einen Detektorfluss”.)
- Die Säule ist im Detektor eventuell zu hoch installiert.
- Prüfen Sie, ob der FFD-Anzünder funktionsfähig ist. (Siehe auch “So prüfen Sie, ob die FID-Flamme brennt”.)
- Prüfen Sie die Flussgeschwindigkeit in der Säule und für das Zusatzgas.
- Stellen Sie sicher, dass die Kondensation im Entlüftungsrohr nicht in den Detektor zurücktropft. Das flexible Entlüftungsrohr aus Kunststoff muss vom Detektor in einen Behälter verlaufen ohne dass es herabhängt, um so das korrekte Abtropfen des Wasserkondensats zu ermöglichen. Das offene Rohrende darf nicht in das Wasser im Behälter hineinragen.
- Prüfen Sie den Wert **Lit offset**. Der typische Wert für **Lit offset** beträgt 2,0.
- Überprüfen Sie das gesamte System gründlich auf Lecks. (Siehe auch “Überprüfen auf Lecks”.)

5
Symptome bei einer Abschaltung

Säulenabschaltungen

Der GC überwacht Einlass und Zusatzgasströme. Wenn ein Trägergas (das ein Zusatzflussmodul oder Pneumatiksteuerungsmodus umfassen kann) den Fluss oder den festgelegten Sollwert nicht erreichen kann, geht der GC davon aus, dass ein Leck aufgetreten ist. Nach 25 Sekunden ertönt ein akustisches Warnsignal, das daraufhin fortlaufend in Intervallen ertönt. Nach etwa fünf Minuten schaltet der GC Komponenten aus, um einen sicheren Zustand herzustellen. Der GC

- Zeigt die Meldung "**Front inlet pressure shutdown**" an.
- Führt eine Abschaltung durch, um Beschädigungen zu verhindern.
- Öffnet die Ofenklappen auf der Rückseite des Ofens zur Hälfte.
- Zeigt für den Ofentemperatur-Sollwert blinkend **Off** an.
- Schaltet alle Flüsse für die Säule ab. Bei Anzeige wird für deren Parameter blinkend **Off** angezeigt. Die Septumspül- und Säulenflüsse für einen Split/Splitless-Einlass würden beispielsweise ausgeschaltet werden.
- Schaltet alle verbleibenden Heizungen aus. Bei Anzeige wird für deren Temperaturparameter blinkend **Off** angezeigt.
- Versuche, eine abgeschaltete Zone einzuschalten schlagen fehl und es erscheint eine Fehlermeldung.

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt.

1. Beheben Sie die Ursache der Abschaltung.
   - Prüfen Sie, ob eine Säule nahe des Einlasses gebrochen ist.
   - Achten Sie auf Lecks.
   - Tauschen Sie das Einlassseptum aus.
   - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus.
   - Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
2. Drücken Sie die Taste für das Gerät, das die Abschaltung bewirkt hat. Blättern Sie zu dem pneumatischen Parameter, für den **Off** blinkt und drücken Sie dann [**On**] oder [**Off**].

   Wenn beispielsweise am vorderen Einlass kein Trägergas mehr anliegt, drücken Sie [**Front Inlet**], blättern Sie zum Druck- oder Flussparameter und drücken Sie dann [**On**].

Wasserstoff-Abschaltungen

Wasserstoff kann als Trägergas oder als Brenngas für einige Detektoren verwendet werden. In Verbindung mit Luft kann Wasserstoff eine explosive Mischung bilden.

Der GC überwacht Einlass und Zusatzgasströme. Wenn ein Strom seinen Fluss- oder Drucksollwert nicht erreichen kann und dieser Strom für die Verwendung von Wasserstoff konfiguriert wurde, geht der GC davon aus, dass ein Leck aufgetreten ist. Nach 25 Sekunden ertönt ein akustisches Warnsignal, das daraufhin fortlaufend in Intervallen ertönt. Nach etwa fünf Minuten schaltet der GC Komponenten aus, um einen sicheren Zustand herzustellen. Der GC

- Zeigt die Meldung “**Hydrogen Safety Shutdown**” an.
- Schließt das Trägerversorgungsventil zum Einlass und schließt sowohl Druck- als auch Flusssteuerung und schaltet diese aus. Bei Anzeige wird für deren Parameter blinkend **Off** angezeigt.
- Öffnet die Splitauslassventile in der Split/Splitless-Betriebsart und die PTV-Einlässe.
- Schaltet die Ofenheizung und den Ventilator aus und öffnet die Ofenklappen.
- Schaltet alle Heizungen aus (einschließlich aller Geräte, die an den zusätzlichen Heizsteuerungen angeschlossen sind, wie Ventilboxheizungen und Übertragungsleitungsheizungen). Bei Anzeige wird für deren Parameter blinkend **Off** angezeigt.
- Gibt einen Alarmton aus.

WARNUNG **Der GC kann keine Lecks in den Detektorgasströmen feststellen. Aus diesem Grund ist es äußerst wichtig, dass die Säulenarmaturen des FID, SPD oder anderer Detektoren, die mit Wasserstoff arbeiten, stets an eine Säule angeschlossen oder mit einer Kappe verschlossen sind und dass Wasserstoffströme so konfiguriert sind, dass der GC diese bemerkt.**

So führen Sie nach der Abschaltung eine Wiederherstellung durch:

1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung:
    - Tauschen Sie das Einlassseptum aus.
    - Tauschen Sie den Einlass-O-Ring aus.

- Überprüfen Sie, ob eine Säule gebrochen ist.
- Überprüfen Sie den Versorgungsdruck.
- Überprüfen Sie das System auf Lecks. Siehe auch Überprüfen auf Lecks.

2 Schalten Sie den GC aus und wieder ein.

3 Nachdem der GC wieder eingeschaltet ist, drücken Sie die Taste für das Gerät, das die Ursache der Abschaltung war. Blättern Sie zu dem pneumatischen Parameter, für den **Off** blinkt und drücken Sie dann [**On**] oder [**Off**]. Wenn beispielsweise am vorderen Einlass kein Trägergas mehr anliegt, drücken Sie [**Front Inlet**], blättern Sie zum Druck- oder Flussparameter und drücken Sie dann [**On**].

Thermische Abschaltungen

Ein thermischer Fehler bedeutet, dass sich der Ofen oder eine andere Heizzone nicht innerhalb des dafür zulässigen Temperaturbereichs befindet (unter der minimalen Temperatur oder über der maximalen Temperatur).

Beheben Sie diesen Zustand wie folgt:

1 Beheben Sie die Ursache der Abschaltung:
   - Prüfen Sie, ob Isolierungen fehlen.
2 Die meisten Abschaltungen können durch Ausschalten der Heizzone behoben werden.

6
GC-Symptome beim Einschalten oder bei der Kommunikation

GC schaltet sich nicht ein

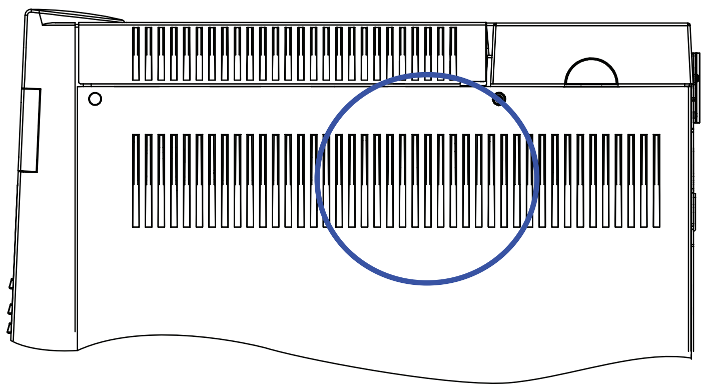
Wenn sich der GC nicht einschaltet:

- Überprüfen Sie das Netzkabel.
- Überprüfen Sie die Stromversorgung in Ihrem Gebäude.
- Wenn das Problem am GC verursacht wird, schalten Sie den GC aus. Warten Sie 30 Sekunden und schalten Sie dann den GC wieder ein.

GC schaltet sich ein, hält dann beim Hochfahren an (während des Selbstests)

Wenn der GC sich einschaltet, die normale Anzeige jedoch nicht erscheint:

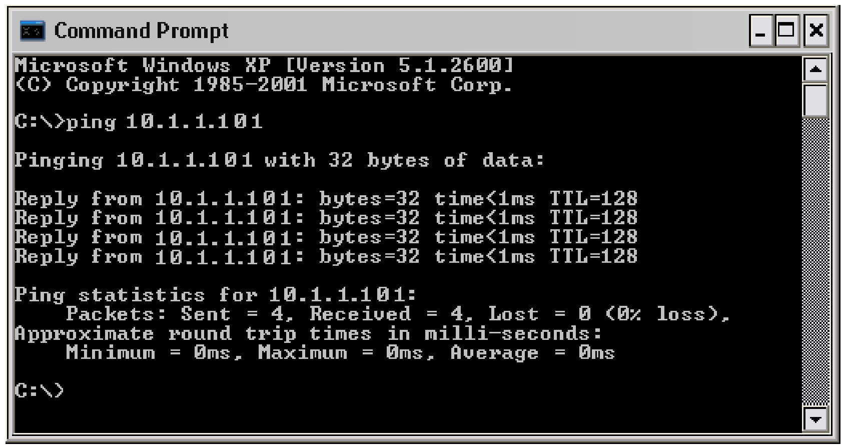
1 Stellen Sie den Netzschalter am GC auf **Off**. Warten Sie 1 Minute und schalten Sie dann den Netzschalter am GC wieder auf **On**.
2 Wenn der GC nicht in den Normalzustand wechselt, notieren Sie sich die Meldungen, die in der Anzeige erscheinen und mit den LEDs angezeigt werden und wenden Sie sich an Agilent.



PC kann mit GC nicht kommunizieren

- Führen Sie einen **ping**-Test durch.

  Der MS-DOS-Befehl **ping** überprüft die Kommunikation über eine TCP/IP-Verbindung. Um diesen Befehl zu verwenden, öffnen Sie ein Fenster für die Eingabeaufforderung. Geben Sie **ping** gefolgt von der IP-Adresse ein. Wenn die IP-Adresse beispielsweise 10.1.1.101 lautet, geben Sie **ping 10.1.1.101** ein. Wenn die Netzwerkverbindung ordnungsgemäß funktioniert, erscheint eine entsprechende Antwortmeldung. Beispiel:



Wenn der ping-Test erfolgreich war, prüfen Sie die Softwarekonfiguration.

Wenn der ping-Test nicht erfolgreich war, gehen Sie wie folgt vor:

- Überprüfen Sie die Verkabelung mit dem lokalen Netzwerk.
- Überprüfen Sie IP-Adresse, Subnetzmaske und Gateway-Adressen.
- Prüfen Sie, ob ein Cross-Over-Kabel für die direkte Verbindung eines einzelnen GC mit dem Computer installiert ist.

Zum Aktualisieren der GC-Firmware müssen Sie das Dienstprogramm des Agilent Instruments oder die Agilent Lab Advisor Software verwenden.

7
Überprüfen auf Lecks

Tipps zur Überprüfung auf Lecks

Beim Überprüfen auf Lecks betrachten Sie das System in zwei Teilen: externe Leckstellen und Leckstellen am GC.

- **Externe Leckstellen** umfassen den Gaszylinder (oder Gasreiniger), Regler und seine Armaturen, Abstellventile der Versorgung und Verbindungen zu den GC-Versorgungsarmaturen.
- **GC-Leckstellen** umfassen Einlässe, Detektoren, Säulenverbindungen, Ventilverbindungen und Verbindungen zwischen Flussmodulen und Einlässen/Detektoren.

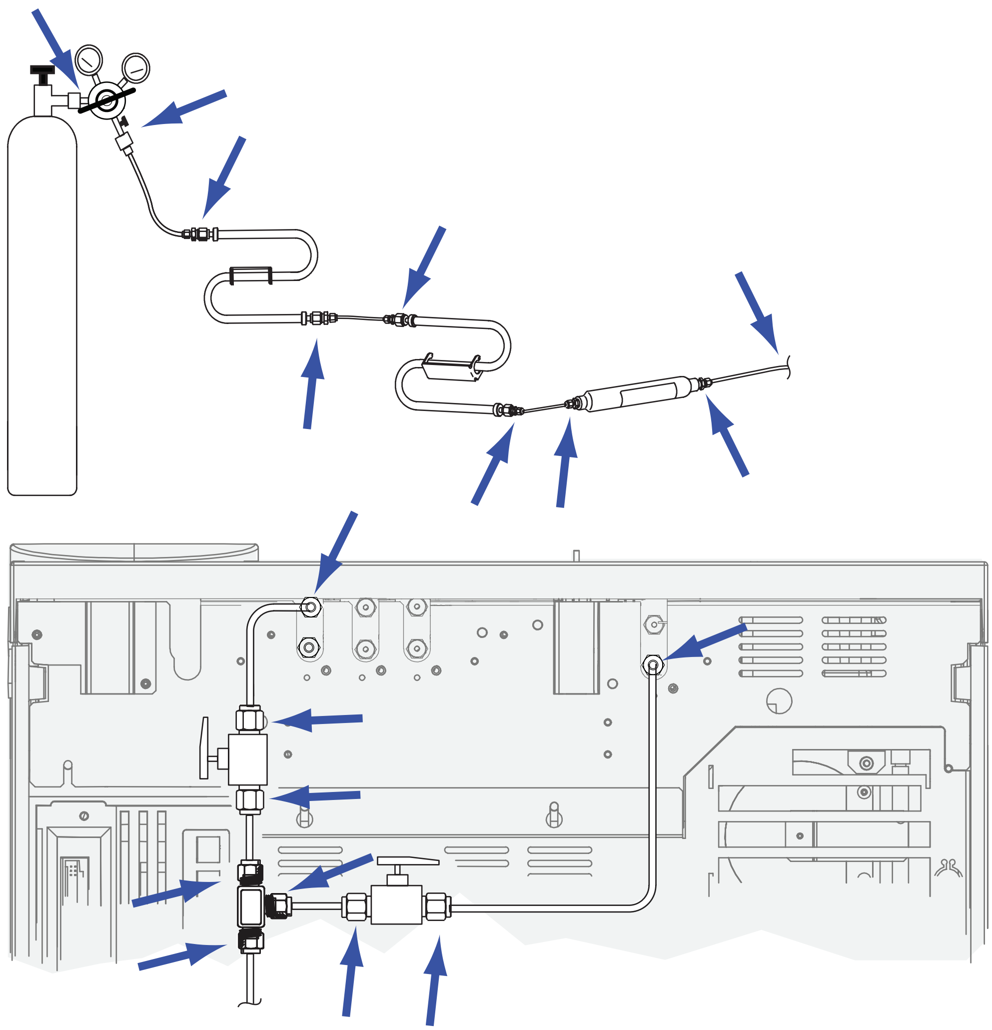
WARNUNG **Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z. B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.**

WARNUNG **Es können schädliche Probengase vorhanden sein.**

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
   - Elektronischer Leckdetektor, der den Gastyp ermitteln kann
   - Gabelschlüssel mit 7/16-Zoll, 9/16-Zoll und 1/4-Zoll für das Festziehen von Swagelok- und Säulenarmaturen.
2 Überprüfen Sie alle möglichen Leckstellen, die mit der zuletzt durchgeführten Wartung in Verbindung stehen.
3 Überprüfen Sie die GC-Armaturen und -Verbindungen, die thermischen Zyklen ausgesetzt sind, da sich bei thermischen Zyklen bestimmte Armaturtypen lösen können. Verwenden Sie den elektronischen Leckdetektor, um zu ermitteln, ob eine Armatur undicht ist.
   - Beginnen Sie, indem Sie zuerst die zuletzt hergestellten Verbindungen überprüfen.
   - Denken Sie daran, Verbindungen in den Gasversorgungsleitungen zu überprüfen, nachdem Ventile oder Versorgungszylinder ausgetauscht wurden.

Überprüfen von externen Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:



- Gasversorgungsarmaturen
- Gaszylinderarmatur
- Reglerarmaturen
- Filter
- Abschaltventile
- T-Armaturen

Führen Sie einen Druckabfalltest durch.

1 Schalten Sie den GC aus.

2 Stellen Sie den Reglerdruck auf 415 kPa (60 psi) ein.

3. Drehen Sie den Reglerknopf entgegen den Uhrzeigersinn, um das Ventil zu schließen.
4. Warten Sie fünf Minuten. Wenn ein messbarer Druckabfall erkennbar ist, liegt bei den externen Verbindungen ein Leck vor. Kein Druckabfall bedeutet, dass die externen Verbindungen dicht sind.

So überprüfen Sie den GC auf Lecks

Überprüfen Sie diese Verbindungen auf Lecks:

- Einlassseptum, Septumkopf, Liner, Splitventilfilter und Spülauslassarmaturen
- Säulenverbindungen zu Einlässen, Detektoren, Ventilen, Splittern und anderen Verbindungen
- Armaturen aus den Flussmodulen zu den Einlässen, Detektoren und Ventilen
- Säulenadapter
- Agilent Kapillarflussarmaturen

Lecks in Kapillarflussarmaturen

Bei Kapillarflussarmaturen weist ein Leck normalerweise darauf hin, dass die Armatur überdreht wurde. Sofern die Armatur nicht offensichtlich locker sitzt, ziehen Sie diese nicht noch mehr fest. Entfernen Sie stattdessen die Verbindung, trimmen Sie das Säulenende und installieren Sie es wieder. (Siehe “So bringen Sie eine Kapillarsäule mit SilTite-Metallarmaturen an”.)

Untersuchen Sie außerdem die Platte und Verbindung an einer abgebrochenen Säulenspitze.

WARNUNG

Vorsicht! Ofen, Einlass und/oder Detektor können so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn Ofen, Einlass oder Detektor heiß ist, tragen Sie bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.

8
Aufgaben bei der Fehlerbehebung

So messen Sie einen Säulenflusses

Messen des FID-, WLD-, uEAD- und FFD-Säulenflusses

Mithilfe der folgenden Prozedur kann der Säulenfluss mit einem FID, WLD, uEAD und FFD gemessen werden.

WARNUNG

Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z. B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

WARNUNG

Vorsicht! Der Detektor kann so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn der Detektor heiß ist, tragen Sie bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
   - Geeignetes Flussmeter-Adapterrohr (befindet sich im Lieferumfang des GC)
   - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert
2 Schalten Sie den Detektor aus.
3 Schalten Sie die Detektorflüsse aus.
4 Schließen Sie den geeigneten Adapter am Detektorauslass an.

HINWEIS

Der Durchmesser des Flussmeterrohrs kann je nach Modell variieren; passen Sie den Adapter entsprechend an das Flussmeterrohr an.

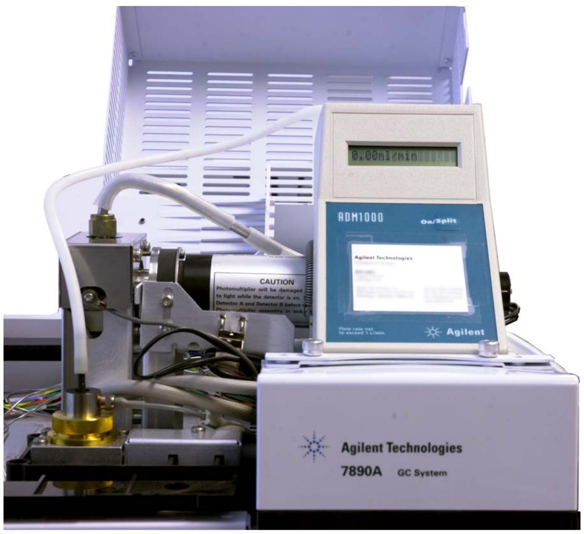
Ein 1/8 Zoll großes Gummiadapterrohr wird direkt an der Auslassöffnung eines uEAD oder WLD angeschlossen.



Ein separater Adapter (19301-60660) wird für den FID geliefert. Setzen Sie den Adapter soweit wie möglich in der Auslassöffnung des Detektors ein. Sie spüren einen Widerstand, wenn der Adapter-O-Ring in die Auslassöffnung des Detektors hineingedrückt wird. Drehen und drücken Sie den Adapter während des Einsetzens, um eine solide Abdichtung zu gewährleisten.



Entfernen Sie für den FPD das Kunststoffrohr vom FPD-Auslass und verbinden Sie das Flussmeter direkt mit dem FPD-Entlüftungsrohr. Verwenden Sie bei Bedarf einen 1/4-Zoll-Rohradapter zwischen dem Detektorauslass und dem Flussmeterrohr.









5 Schließen Sie das Flussmeter am Flussmeteradapter an, um die Flussgeschwindigkeiten zu messen.

Messen des SPD-Säulenflusses

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
   - SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug (G1534-60640)



   - Flussmesseinsatz (19301-60660)
   - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert

2 Stellen Sie die Perlenspannung auf 0,0 V ein.

3 Kühlen Sie den SPD auf 100 °C herunter.

WARNUNG **Vorsicht! Der Detektor kann so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn der Detektor heiß ist, tragen Sie bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.**

4 Entfernen Sie die Perleneinheit und bewahren Sie sie solange an einem sicheren Ort auf.

5 Setzen Sie das SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug im SPD-Kollektor ein.

6 Bringen Sie den Flussmesseinsatz am SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug an.

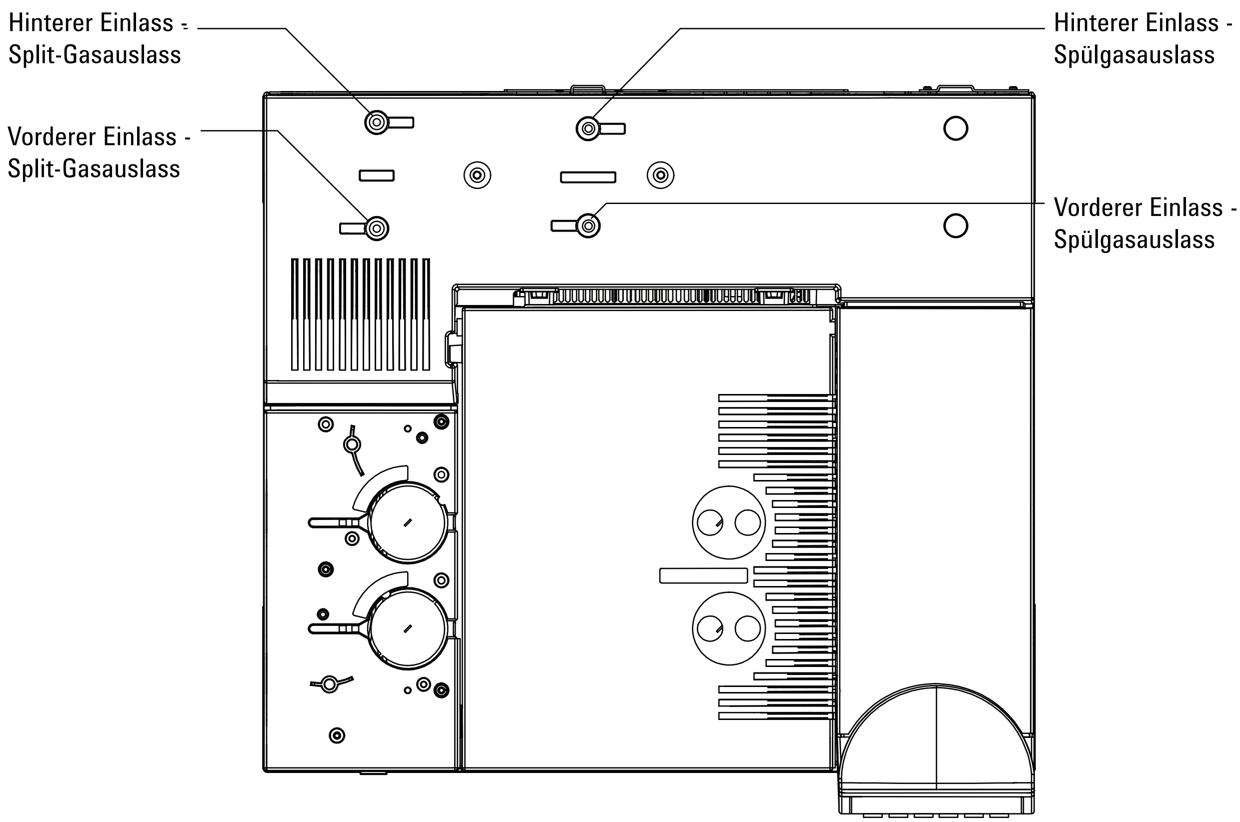


7 Platzieren Sie die Flussmeterverrohrung über dem Flussmesseinsatz, um mit dem Messen der Flüsse zu beginnen.

So messen Sie den Fluss an einem Split-Gasauslass oder einem Septumspülfluss

WARNUNG **Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z. B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.**

Septumspül- und Split-Gasauslassflüsse werden über das pneumatische Modul auf der oberen Rückseite des GC ausgegeben. Beachten Sie hierzu die nachfolgende Abbildung.



Um Split-Gasauslass- oder Septumspülflüsse zu messen, bringen Sie das Flussmeter am entsprechenden Rohr an. Entfernen Sie die GC-Pneumatikabdeckung, um an die hinteren Auslassöffnungen des Einlasses zu gelangen.

- Der Split-Auslass besitzt eine 1/8-Zoll-Zwagelok-Gewindearmatur. Erstellen Sie einen 1/8-Zoll-Rohradapter (wie unten dargestellt) und verwenden Sie diesen, um die 1/8-Zoll-Gewindearmatur in ein 1/8-Zoll-Rohr umzuwandeln. Hierdurch kann die Gummiflussmeterverrohrung bei den Gewinden nicht undicht werden, was sonst zu fehlerhaften Flussmesswerten führen würde.



- Der Septumspülanschluss ist ein 1/8-Zoll-Rohr. Verwenden Sie den gezeigten Gummiadapter, um Flüsse zu messen.

So messen Sie einen Detektorfluss

Messen von FID-, WLD-, uEAD- und FFD-Flüssen

WARNUNG

Wasserstoff (H_2) ist entflammbar und stellt eine Explosionsgefahr dar, wenn er in einem geschlossenen Raum (z. B. einem Flussmeter) mit Luft in Verbindung kommt. Spülen Sie Flussmeter bei Bedarf mit Edelgas. Messen Sie Gase immer getrennt. Schalten Sie die Detektoren immer aus, um ein automatisches Zünden der Flamme/Perleneinheit zu verhindern.

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
   - Geeignetes Flussmeter-Adapterrohr (befindet sich im Lieferumfang des GC)
   - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert

VORSICHT

Um eine Beschädigung der Säule zu vermeiden, kühlen Sie den Ofen herunter, bevor Sie den Säulenfluss ausschalten.

2 Stellen Sie die Ofentemperatur auf die Umgebungstemperatur (35 °C) ein.
3 Schalten Sie den Säulenfluss und -druck aus.
4 Schalten Sie folgende Komponenten (sofern vorhanden) aus: die FID-Flamme, FFD-Flamme und den WLD-Heizdraht.
5 Kühlen Sie den Detektor herunter.
6 Schließen Sie den geeigneten Adapter am Detektorauslass an.

HINWEIS

Der Durchmesser des Flussmeterrohrs kann je nach Modell variieren; passen Sie den Adapter entsprechend an das Flussmeterrohr an.

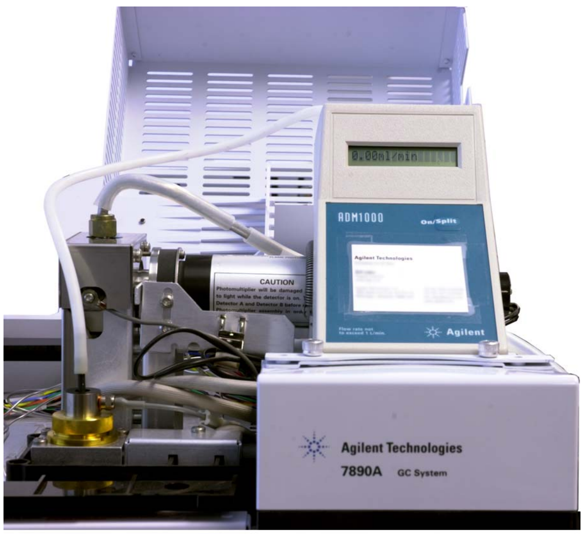
Ein Gummiadapterrohr wird direkt an der Auslassöffnung eines uEAD oder WLD angeschlossen.



Ein separater Adapter (19301-60660) wird für den FID geliefert. Setzen Sie den Adapter soweit wie möglich in der Auslassöffnung des Detektors ein. Sie spüren einen Widerstand, wenn der Adapter-O-Ring in die Auslassöffnung des Detektors hineingedrückt wird. Drehen und drücken Sie den Adapter während des Einsetzens, um eine solide Abdichtung zu gewährleisten.



Entfernen Sie für den FPD das Kunststoffrohr vom FPD-Auslass und verbinden Sie das Flussmeter direkt mit dem FPD-Entlüftungsrohr. Verwenden Sie bei Bedarf einen 1/4-Zoll-Rohradapter zwischen dem Detektorauslass und dem Flussmeterrohr.









7 Verbinden Sie das Flussmeter mit dem Flussmeteradapter.

8 Messen Sie die Ist-Flussgeschwindigkeit für jedes Gas einzeln.

Messen von SPD-Flüssen

1 Stellen Sie folgende Teile zusammen:
   - SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug (G1534-60640)



   - Flussmesseinsatz (19301-60660)
   - Elektronisches Flussmeter, für die relevanten Gas- und Flussgeschwindigkeiten kalibriert

2 Stellen Sie die Perlenspannung auf 0,0 V ein.

3 Kühlen Sie den SPD auf 100 °C herunter.

WARNUNG **Vorsicht! Der Detektor kann so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn der Detektor heiß ist, tragen Sie bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.**

4 Entfernen Sie die Perleneinheit und bewahren Sie sie solange an einem sicheren Ort auf.

5 Setzen Sie das SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug im SPD-Kollektor ein.

6 Bringen Sie den Flussmesseinsatz am SPD-Flussmeter-Adapterwerkzeug an.



7 Platzieren Sie die Flussmeterverrohrung über dem Flussmesseinsatz, um mit dem Messen der Flüsse zu beginnen.

Durchführen des GC-Selbsttests

1 Schalten Sie den GC aus.
2 Warten Sie eine Minute und schalten Sie dann den GC wieder ein. Wenn am GC die Hauptstatusanzeige erscheint, hat der GC den Selbsttest bestanden.

```
 Agilent 7890A GC
  A.xx.xx  [xxx]

Power on successful
```

Anpassen des Lit-Offset am FID

Passen Sie den **Lit offset** am FID wie folgt an:

1 Drücken Sie **[Config]**.

2 Blättern Sie zu **Front detector** oder **Back detector** (wo auch immer der Detektor installiert ist) und drücken Sie **[Enter]**.

3 Blättern Sie zu **Lit offset**. Wenn die Zeile **Lit offset** hervorgehoben ist, geben Sie den neuen Parameter für den Detektor ein und drücken Sie **[Enter]**.

4 Für “Lit offset” sollte ≤ 2,0 pA oder ein Wert unter der gewöhnlichen Ausgabe festgelegt sein, wenn dieser brennt.

So stellen Sie sicher, dass die FID-Flamme brennt

Um sicherzustellen, dass die FID-Flamme brennt, halten Sie einen Spiegel oder eine andere reflektierende Oberfläche über den Kollektorauslass. Eine stetige Kondensation weist darauf hin, dass die Flamme brennt.

Wenn die Flamme brennt, liegt die FID-Ausgabe normalerweise zwischen 5,0 und 20,0 pA und wenn die Flamme nicht brennt, liegt der Wert bei < 2,0 pA.

So stellen Sie sicher, dass der FID-Anzünder während der Zündsequenz funktioniert

WARNUNG **Achten Sie bei Durchführung dieser Aufgabe darauf, dass Sie einen sicheren Abstand zum FID-Kamin halten. Bei Verwendung von Wasserstoff ist die FID-Flamme nicht sichtbar.**

1 Nehmen Sie die obere Abdeckung des Detektors ab.
2 Schalten Sie die FID-Flamme **ein**.
3 Beobachten Sie den Anzünderstecker durch den FID-Kamin. Die kleine Bohrung sollte während der Zündsequenz glühen.

So messen Sie den FID-Leckstrom

1 Laden Sie die Analysemethode.
   - Stellen Sie sicher, dass die Flüsse für die Zündung akzeptabel sind.
   - Heizen Sie den Detektor auf Betriebstemperatur oder auf 300 °C hoch.
2 Schalten Sie die FID-Flamme aus.
3 Stellen Sie sicher, dass das FID-Elektrometer eingeschaltet ist.
4 Drücken Sie **[Front Det]** oder **[Back Det]** und blättern Sie dann zu **Output**.
5 Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe stabil ist und < 1,0 pA beträgt.

   Wenn die Ausgabe instabil ist oder > 1,0 pA beträgt, schalten Sie den GC aus und überprüfen Sie, ob die oberen FID-Teile ordnungsgemäß zusammengebaut sind und ob Verunreinigungen vorliegen. Wenn die Verunreinigung den Detektor beeinträchtigt, heizen Sie den FID aus.
6 Schalten Sie die Flamme ein.

So messen Sie die FID-Basislinienausgabe

1 Mit installierter Säule laden Sie Ihre Prüfmethode.
2 Stellen Sie die Ofentemperatur auf 35 °C ein.
3 Drücken Sie **[Front Det]** oder **[Back Det]** und blättern Sie dann zu **Output**.
4 Wenn die Flamme brennt und der GC betriebsbereit ist, überprüfen Sie, ob die Ausgabe stabil ist und < 20 pA beträgt (dies kann einige Zeit dauern).
5 Wenn die Ausgabe nicht stabil ist oder > 20 pA beträgt, ist das System oder das Gas verunreinigt. Wenn diese Verunreinigung auf den Detektor zurückzuführen ist, heizen Sie den FID aus.

So messen Sie den SPD-Leckstrom

1 Laden Sie die Analysemethode.
2 Stellen Sie **NPD Adjust Offset** auf **Off** und **Bead Voltage** auf **0,00 V**.
   - Belassen Sie den SPD auf Betriebstemperatur.
   - Belassen Sie die Flüsse ein- oder ausgeschaltet.
3 Drücken Sie **[Front Det]** oder **[Back Det]** und blättern Sie dann zu **Output**.
4 Stellen Sie sicher, dass die Ausgabe (Leckstrom) stabil ist und bei < 1,0 pA liegt.
5 Die Ausgabe sollte langsam auf 0,0 pA fallen und sich im *Zehntel* eines Pikoamps stabilisieren. Ein Strom von > 2,0 pA weist auf ein Problem hin.

So stellen Sie sicher, dass die SPD-Perleneinheit gezündet ist

WARNUNG **Heiße Abgase! Die Detektorabgase sind heiß und können Verbrennungen verursachen.**

Um sicherzustellen, dass die Perleneinheit gezündet ist, schauen Sie durch die Lüftungsöffnung am Detektorlid, um zu sehen, ob die Perleneinheit orange glüht.

Die SPD-Ausgabe wird vom Bediener während des Nullpunktabgleichs ausgewählt und liegt generell zwischen 5,0 und 50,0 pA.

So stellen Sie sicher, dass die FFD-Flamme brennt

Stellen Sie wie folgt sicher, dass die FFD-Flamme brennt:

1 Entfernen Sie das Gummiabtropfrohr aus dem Detektorauslass.

2 Halten Sie einen Spiegel oder eine glänzende Oberfläche an das Aluminiumauslassrohr. Eine stetige Kondensation weist darauf hin, dass die Flamme brennt.

So passen Sie den Lit Offset am FFD an

Passen Sie den **Lit offset** am FFD wie folgt an:

1. Drücken Sie **[Config]**.
2. Blättern Sie zu **Front detector** oder **Back detector** (wo auch immer der Detektor installiert ist) und drücken Sie **[Enter]**.
3. Blättern Sie zu **Lit offset**. Wenn die Zeile **Lit offset** hervorgehoben ist, geben Sie den neuen Parameter für den FFD ein (normaler Wert liegt bei 2,0 pA) und drücken Sie **[Enter]**.

WARNUNG **Vorsicht! Ofen, Einlass und/oder Detektor können so heiß sein, dass Sie sich verbrennen können. Wenn Ofen, Einlass oder Detektor heiß ist, tragen Sie bitte hitzebeständige Handschuhe, um Ihre Hände zu schützen.**